

Evaluation par spectroscopie infra-rouge des stocks en carbone des sols agricoles réunionnais. Mesures in-situ et construction de modèles de prédictions

STERN Mathilde

Mémoire de Master 2 Géographie Environnementale

Faculté de Géographie et d'Aménagement, Université de Strasbourg

Juin 2016

Membres du Jury :

Dominique SCHWARTZ

Christophe ENAUX

Damien ERTLEN

Organismes d'Accueil :

CIRAD – Saint-Pierre de La Réunion

UMR Eco&Sols – Montpellier

Résumé

Dans le contexte actuel de réchauffement climatique, les recherches effectuées sur les facteurs de diminution des gaz à effet de serre de l'atmosphère se multiplient. Une des solutions pourrait se trouver dans le stockage de carbone par les sols, puisque ceux-ci constituent un réservoir de carbone 2,6 fois plus important que l'atmosphère. C'est en partant de ce constat qu'est né le programme de recherche « 4 pour 1 000 », basé sur l'estimation qu'une augmentation de 4 pour 1 000 par an des stocks de matière organique des sols suffirait à compenser l'ensemble des émissions de gaz à effet de serre de la planète. Ce programme a pour but de développer la recherche agronomique afin de favoriser le stockage de carbone des sols cultivés. La dynamique de cette séquestration reste cependant mal connue, puisque les mesures des stocks sont longues et coûteuses, donc difficilement reproductibles géographiquement et temporellement. L'étude tente de trouver une alternative à ces méthodes contraignantes, en proposant une méthode de détermination des stocks de carbone, *in situ*, rapide et peu chère à long terme, afin de démocratiser ces mesures. Cette méthode porte sur l'utilisation conjointe d'un carottier, et d'un spectromètre proche infrarouge de terrain.

L'étude est réalisée dans le cadre du projet CARUN, dont l'objectif d'évaluation des fonctions temporelles et spatiales du stockage de carbone dans les sols, sous cultures annuelles de la Réunion, s'inscrit tout à fait dans le programme 4 pour 1 000. La méthodologie proposée est élaborée à partir de sols prélevés à La Réunion, incluant donc la variabilité et la particularité des propriétés de ces sols. Au regard des résultats obtenus, ce dernier aspect semble avoir une influence prépondérante sur la précision des stocks de carbone par SPIR. Cette étude, en parallèle à la proposition d'un protocole de terrain efficace et reproductible, tente d'interpréter l'influence des types de sols dérivés de matériaux volcaniques sur la prédiction par SPIR de leurs stocks de carbone.

Abstract

In the current context of global warming, research multiply to understand the factors of lower gas atmospheric greenhouse. One solution could be in the soil carbon storage, because it represents a carbon pool 2.6 times bigger than the atmosphere. From this observation has born the research program "4 pour 1000", based on the estimation that an increase of 4 per 1000 per year of soil organic matter stocks would be sufficient to offset the all greenhouse gas emissions on the planet. This program aims to develop agricultural research to promote carbon storage in agricultural soils. The dynamics of this sequestration remains unclear, since stocks steps are lengthy and expensive, therefore difficult to reproduce geographically and temporally. The study attempts to find an alternative to these binding methods by providing an *in situ*, rapid and long-term inexpensive method for determining the carbon stocks, to democratize these measures. This method involves the joint use of a corer, and a spectrometer NIR field.

The study was conducted as part of Carun project, whose objective evaluation of temporal and spatial functions of carbon storage in soils under annual crops of Reunion Island, fits perfectly into the program 4 per 1 000. The proposed methodology is developed from soils collected in Reunion Island, thus including the variability and special properties of these soils. In accordance to the results, this aspect seems to have a major influence on the accuracy of carbon stocks by NIRS. This study, in parallel with the proposal of an efficient and reproducible field- protocol, attempts to interpret the influence of the types of soils derived from volcanic materials by the SPIR prediction of their carbon stocks.

Remerciements

Je tiens à remercier la Faculté de Géographie de Strasbourg, pour ces cinq dernières années passées entre ses murs, qui m'ont fait découvrir le domaine passionnant de la pédologie. Merci à Dominique Schwartz et Christophe Enaux, responsables du Master Géographie Environnementale, d'être autant à l'écoute de leurs étudiants. Je remercie en particulier Dominique Schwartz, qui a su répondre à mes questions lorsque l'élaboration des protocoles prêtait à confusion, ainsi qu'à Damien Ertlen, pédologue et enseignant à l'UdS ; tous deux ont été d'une influence capitale dans mon parcours et mon avenir professionnel.

Ma plus grande reconnaissance va bien sûr à mon maître de stage, Alain Albrecht, pour la confiance et la considération qu'il m'a accordé tout au long de cette expérience, même dans les moments de doutes et de baisses de moral. Il m'a transmis énormément de connaissances concernant la pédologie et la SPIR, ce qui m'a permis d'apprécier à juste mesure les étapes franchies dans les analyses de données. Mon intérêt pour la recherche en pédologie n'aurait peut-être pas été si ardent sans son écoute et sa bonne humeur, toujours au beau fixe.

Les mots seraient faibles pour exprimer ma reconnaissance envers Magali Jameux, sans qui cette aventure n'aurait, de loin, pas eu le même charme. Jamais l'une sans l'autre, nos journées ont été riches en émotions, en incompréhension partagée concernant les résultats, en incessantes remises en questions des protocoles, en épuisements du mercredi, jour de terrain, en ennui pendant les longues heures de tamisage et d'acquisitions spectrales, mais aussi et surtout en rigolades, en longues discussions au laboratoire ou sous le soleil, autour du tamis, en joies incontrôlées notamment lors des résultats positifs des test NaF. Merci de m'avoir épaulée dans les moments d'agacement face aux logiciels, et de fatigue générale. Merci pour la somme de connaissances et de souvenirs que j'emporte avec moi à l'issue de ce stage. Enfin, je la remercie de ne pas me mettre zéro, bien qu'elle n'en ait de toute façon pas l'occasion.

Merci tout particulièrement à Pierre Todoroff, pour son implication dans nos recherches, ses précieux conseils, ses encouragements, son aide essentielle sur le terrain, son soutien plus que bénéfique, sa bonne humeur quotidienne.

Je remercie vivement le CIRAD de Saint-Pierre de la Réunion, et l'UMR Eco&Sols de Montpellier pour m'avoir chaleureusement accueillie.

Merci l'ensemble de l'équipe Artists de Saint-Pierre pour la bonne ambiance au bureau, merci à Agnès pour son aide dans la réalisation de la base de données, pour intérêt dans nos travaux, pour sa joie de vivre ; merci à Lionel pour ses encouragements et son aide sur le terrain, merci à Mickaël pour avoir résolu mes nombreux problèmes informatiques. Merci à Blandine pour sa confiance dans nos résultats, sur lesquels se base son stage, et merci pour les moments partagés au CIRAD. Merci à Antoine pour son aide pour mon dernier terrain et pour toutes les pauses café que nous avons partagées, merci à Pascal.

Cette étude n'aurait pu être réalisée sans la participation de Louis Paulin, dont l'aide sur le terrain a été d'une impressionnante efficacité, qui plus est, accompagnée d'une habituelle bonne humeur. Merci à tous les techniciens du CIRAD de Saint-Denis, qui se sont également relayés à nos côtés.

Merci à Serge pour avoir pris le temps de nous guider dans les analyses SPIR, et d'avoir répondu à nos nombreuses sollicitations. Merci à Agathe pour son aide dans l'analyse statistique de nos données, qui a clarifié de nombreuses situations.

Merci à David et Dylan, pour avoir marqué ma dernière semaine au CIRAD de Saint-Pierre en plaçant nos résultats sous les feux des projecteurs, à travers la réalisation du film humoristique présentant notre méthode Carottier / SPIR dans l'analyse des sols. Ce film actuellement en cours de montage sera visible sur le site du projet C@run, et présenté à l'ADEME.

Merci très chaleureux à Aurélia et Louise pour les deux heures d'aide au tamisage qu'elles m'ont accordé, merci à Oriane et Xavier pour leur avis concernant la rédaction de ce rapport.

Table des matières

1	Introduction.....	13
2	Etat de l'art.....	15
2.1	Le stockage de carbone dans les sols.....	15
2.1.1	Le cycle du carbone.....	15
2.1.2	Le carbone dans les sols.....	16
2.1.3	Le Stockage de carbone dans les sols.....	16
2.2	Les techniques de détermination du stock de carbone dans les sols.....	19
2.2.1	La détermination de la teneur en carbone des sols.....	19
2.2.1.1	La méthode par perte au feu (PAF).....	19
2.2.1.2	La méthode au dichromate de potassium.....	20
2.2.1.3	La méthode d'analyse des gaz émis par la combustion du sol dans un flux d'oxygène.....	20
2.2.2	La détermination de la densité apparente.....	21
2.2.2.1	Méthode a la paraffine.....	21
2.2.2.2	Méthode aux cylindres.....	22
2.2.2.3	Méthode au sable ou à l'eau.....	22
2.2.2.4	Méthode au densitomètre à membrane.....	22
2.2.2.4.1	Par gammamétrie.....	23
2.3	La spectroscopie.....	24
2.3.1	Historique de la technique.....	24
2.3.1.1	La naissance de la spectroscopie.....	24
2.3.1.2	La spectroscopie en pédologie.....	25
2.3.2	Du principe général de la spectrométrie aux caractéristiques de la SPIR.....	26
2.3.2.1	Le principe général de la spectrométrie.....	26
2.3.2.2	Le découpage du spectre infrarouge.....	29
3	Matériel et méthode.....	31
3.1	Caractéristiques générales du site de l'étude : l'île de la Réunion.....	31
3.1.1	La géologie.....	32
3.1.2	Le climat.....	34
3.1.3	La végétation et l'agriculture.....	37

3.1.4	Pédologie.....	39
3.1.4.1	Localisation des différents types de sols à la Réunion.....	39
3.1.4.2	L'évolution des sols à la Réunion, facteur explicatif de leur différenciation.....	40
3.1.4.2.1	Les caractéristiques des andosols	40
3.1.4.2.2	L'évolution des andosols, à l'origine de la typologie contrastée des sols de la Réunion.....	42
3.2	Choix des sites de prélèvement	44
3.3	La description des Protocoles	46
3.3.1	Méthodologie initiale	46
3.3.1.1	Terrain, jour J.....	46
3.3.1.1.1	Matériel de terrain	46
3.3.1.1.1.1	CAROTTAGE	46
3.3.1.1.1.2	CYLINDRES	47
3.3.1.1.1.3	AUTRE	47
3.3.1.1.2	Méthodologie	47
3.3.1.1.2.1	La « Carotte SPECTRO ».....	47
3.3.1.1.2.2	La « Carotte DENSITE ».....	47
3.3.1.1.2.3	Les Cylindres.....	48
3.3.1.2	Laboratoire, jour J	49
3.3.1.2.1	Matériel de laboratoire	49
3.3.1.2.1.1	Spectrométrie (CAROTTE SPECTRO).....	49
3.3.1.2.1.2	Densité Apparente (CAROTTE DENSITE + CYLINDRES).....	50
3.3.1.2.2	Méthodologie	50
3.3.1.2.2.1	CAROTTE DENSITE	50
3.3.1.2.2.2	CYLINDRES	50
3.3.1.2.2.3	CAROTTE SPECTRO	50
3.3.1.2.2.3.1	Acquisitions spectrales de prélèvements de sol FRAIS	50
3.3.1.2.2.3.1.1	Préparations	50
3.3.1.2.2.3.1.1.1	De l'échantillon.....	50
3.3.1.2.2.3.1.1.2	Du spectromètre Proche Infrarouge	51
3.3.1.2.2.3.1.2	Acquisitions spectrales	51
3.3.1.2.2.3.2	Acquisitions spectrales de prélèvements de sol REMANIE	52
3.3.1.2.2.3.2.1	Préparation de l'échantillon.....	52

3.3.1.2.2.3.2.2	Acquisitions spectrales	53
3.3.1.2.2.3.3	Vérification de la présence d'allophane dans les prélèvements : Test NaF	54
3.3.1.2.2.3.3.1	A propos du Test NaF	54
3.3.1.2.2.3.3.2	Matériel	54
3.3.1.2.2.3.3.3	Méthodologie	55
3.3.1.3	Laboratoire, jour J+1	57
3.3.1.3.1	CAROTTE SPECTRO	57
3.3.1.4	Laboratoire, jour J+2	57
3.3.1.4.1	CAROTTE DENSITE	57
3.3.1.4.2	CYLINDRES	57
3.3.1.5	Laboratoire, J+3	57
3.3.1.5.1	CAROTTE SPECTRO	57
3.3.1.5.1.1	Analyses traditionnelles de carbone	58
3.3.1.5.1.2	Acquisitions spectrales de prélèvements de sol SEC-TAMISE	58
3.3.2	Protocole final	58
3.3.2.1	Jour J	58
3.3.2.2	Jour J+1	60
3.3.2.3	Jour J+2	61
3.4	Traitement des données	61
4	Résultats	62
4.1	Résultats laboratoire	62
4.1.1	Calcul du taux d'humidité sur des aliquotes	62
4.1.2	Comparaison des densités apparentes mesurées par carottier/cylindre	63
4.2	Resultats SPIR	64
4.2.1	Introduction des résultats SPIR	64
4.2.2	Le nombre de répétitions des acquisitions spectrales	65
4.2.3	Les états	67
4.2.4	La teneur en carbone	69
4.2.5	La densité apparente	70
4.2.6	Les stocks de carbone	72
5	Discussion	77
5.1	Evolution du protocole	77

5.1.1	Détermination du taux d'humidité à partir des aliquotes	77
5.1.2	Confrontation des méthodes Carottier / Cylindres dans la mesure des densités apparentes.....	77
5.1.3	Les répétitions des acquisitions spectrales	78
5.2	Résultats SPIR	79
5.2.1	La teneur en carbone	79
5.2.2	La densité apparente.....	81
5.2.3	Les stocks de carbone	85
6	Conclusion	86
7	Bibliographie	88
8	Annexes	93
8.1	Annexe 1 : Fiches de calculs	93
8.2	Annexe 2 : Protocole initial	97
8.3	Annexe 3 : Résultats des prédictions	98

Table des figures

Figure 1 : La réflectance, l'absorbance et la transmission d'un rayonnement appliqué à un corps.	26
Figure 2 : Evolution de l'énergie en fonction de la distance interatomique (modèle de l'oscillateur anharmonique) et représentation des transitions vibrationnelles fondamentales et harmoniques. Schéma adapté de El Hajji & Zaydoun, date inconnue.....	28
Figure 3 : Les différentes zones du spectre électromagnétique.....	29
Figure 4 : L'île de la Réunion, carte retouchée de Google Earth.	32
Figure 5 : Carte géologique de la Réunion. Source : DDRM 2016-a.....	34
Figure 6 : Pluviométrie moyenne en mm pour la période 1958 – 1980 (Raunet, 1991).	36
Figure 7 : La végétation de la Réunion. Source : Raunet, 1991.	38
Figure 8 : Carte simplifiée des sols de la Réunion selon Raunet (1991).	40
Figure 9 : L'évolution des sols dérivés de roches volcaniques pyroclastiques sous l'effet du temps et du climat (le cas de la Réunion en rouge). Source : Quantin, 1982.....	43
Figure 10 : Localisation des sites de prélèvement en fonction de la carte des sols simplifiée de Raunet (1991).	45
Figure 11 : Localisation des différents prélèvements dans un rang de canne à sucre.	49
Figure 12 : Acquisitions spectrales d'un prélèvement de sol frais (Carotte SPECTRO).	51
Figure 13 : Répartition des trente acquisitions spectrales de sol frais dans la carotte.	52
Figure 14 : Répartition des trente acquisitions spectrales d'une barquette de sol remanié. .	53
Figure 15 : Matériel nécessaire à la réalisation du test NaF.	55
Figure 16 : Test NaF sur un échantillon du Prélèvement n°6 (23/03/2016, Andosol non-perhydraté, Saint-Benoît).....	56
Figure 17 : Acquisitions spectrales de sol frais, protocole final.	59
Figure 18 : Acquisitions spectrales de sol remanié, protocole final.....	60
Figure 19 : Les taux d'humidité des aliquotes en fonction des taux d'humidité des échantillons (n=31).	62
Figure 20 : Les taux d'humidité des aliquotes en fonction des taux d'humidité des échantillons (n=30).	63
Figure 21 : Les densités apparentes des échantillons prélevés au carottier en fonction des densités apparentes des échantillons prélevés aux cylindres.	64
Figure 22 : Acquisitions spectrales brutes de la carotte 9a à l'état « Frais », 0 – 10 cm (A), 10 – 20 cm (B), 20 – 30 cm (C) et 30 – 40 cm (D).	65
Figure 23 : Spectres moyens (en haut) et spectres moyens centrés normés (en bas) de la carotte 9a à l'état « Frais ».....	66
Figure 24 : Scores de l'analyse en composantes principales.	67
Figure 25 : Variance expliquée selon les composantes principales.	68

Figure 26 : Teneur en carbone prédite des échantillons frais en place en fonction des données mesurées (modèle T0).....	69
Figure 27 : Teneur en carbone prédite des échantillons tamisés en place en fonction des données mesurées (modèle T0).....	69
Figure 28 : Densité apparente prédite des échantillons frais en place en fonction des données mesurées (modèle T0).....	70
Figure 29 : Densité apparente inférieure à 1,1 prédite des échantillons frais en place en fonction des données mesurées (modèle T0).....	71
Figure 30 : Densité apparente prédite des échantillons frais en place en fonction des données mesurées (modèle T0).....	71
Figure 31 : Densité apparente inférieure à 1,1 prédite des échantillons frais en place en fonction des données mesurées (modèle T0).....	72
Figure 32 : Stock de carbone prédit des échantillons frais en place en fonction des données mesurées (modèle T0).....	73
Figure 33 : Stock de carbone prédit des échantillons frais en place en fonction des données mesurées (modèle T1).....	73
Figure 34 : Stock de carbone prédit des échantillons frais en place en fonction des données mesurées, après suppression de 4 échantillons (modèle T1).....	74
Figure 35 : Stock de carbone prédit des échantillons tamisés en place en fonction des données mesurées (modèle T0).....	74
Figure 36 : Stock de carbone prédit des échantillons tamisés en place en fonction des données mesurées (modèle T1).....	75
Figure 37 : Stock de carbone prédit des échantillons tamisés en place en fonction des données mesurées, après suppression de 4 échantillons (modèle T1).....	75
Figure 38 : Classification des variables selon leur résultat de prédiction (R^2) à travers le modèle T0.	76
Figure 39 : Principaux résultats observés dans la littérature pour la prédiction du taux de carbone organique par SPIR. Source : Genot et al., 2014.	80
Figure 40 : Densité apparente des échantillons de sol frais en place prédite en fonction des données mesurées, classées par types de sol (modèle T0).	83
Figure 41 : Mise en exergue du prélèvement de sol brun andique riche en allophane, dans les résultats de densité apparente des échantillons de sol frais en place prédite en fonction des données mesurées.	84

1 Introduction

Depuis la conférence de Rio en 1992 les négociations internationales sur les changements climatiques n'ont cessé de prendre de l'ampleur. A présent, l'objectif de la COP 21 est de maintenir le réchauffement climatique mondial en-dessous de 2°C. L'idée est d'avoir un accord international qui traite autant des réductions des émissions de gaz à effet de serre que de l'adaptation au changement climatique.

En partant du fait que le sol contient 2.6 fois plus de carbone que l'atmosphère, il semble évident qu'une des solutions au réchauffement climatique se trouve dans la gestion de la ressource en sol. Selon Jean-François Soussana, Directeur de Recherche Environnement à l'INRA, « Une augmentation relative de 4 pour 1 000 par an des stocks de matière organique des sols suffirait à compenser l'ensemble des émissions de gaz à effet de serre de la planète ». C'est ainsi qu'est né le programme de recherche international « le 4 pour 1000 », dont l'objectif est de développer la recherche agronomique, afin d'améliorer les stocks de matière organique des sols de 4 pour 1000 par an. Dans ce cadre, les scientifiques interviennent à plusieurs niveaux : la compréhension du système climat et de sa gouvernance au sens large, les données et les scénarios d'évolution, et les conséquences des activités humaines. Selon Laurence Tubiana, « La restauration des sols est un sujet majeur pour le climat » et « l'agriculture doit se positionner parmi les secteurs qui contribuent à la lutte contre le changement climatique, tout comme les secteurs des transports ou de l'énergie ».

Par ailleurs, le stockage de carbone dans les sols est un mécanisme largement dépendant de facteurs environnementaux et des pratiques culturales. La connaissance précise des bilans des gaz à effet de serre des systèmes agricoles est un élément clé de la décision concernant les pratiques à mettre en œuvre dans les politiques environnementales relatives au climat. Cependant, les données nécessaires au calcul de ces bilans dans les régions ultra-marines françaises et tropicales en général restent rares. Le projet CARUN (financé par l'ADEME) propose de combler cette lacune en développant des connaissances nouvelles à différentes échelles spatiales et temporelles, afin d'évaluer les fonctions de stockage de carbone des cultures annuelles dans les sols agricoles de La Réunion. Il repose sur un partenariat étroit CIRAD-IRD, et associe un acteur économique agricole majeur de La Réunion, le groupe agro-industriel Tereos Océan Indien. Ce dernier, à travers son centre de recherches eRcane, vise à développer les variétés de cannes à sucre de la Réunion dans un but d'améliorer la production sucrière de l'île et de valoriser la canne. Grâce à ce partenariat, de nombreux sites sous canne à sucre ont pu être échantillonnés, pour les besoins de cette étude.

Les recherches effectuées dans le cadre du projet CARUN, dont les résultats sont présentés dans ce rapport, portent sur les analyses de stocks de carbone dans les sols réunionnais.

La dynamique de la séquestration du carbone dans les sols, bien qu'à l'ordre du jour dans ce contexte du 4 pour 1 000, reste à l'heure actuelle encore mal comprise. Aubert et *al.* soulignent récemment (Avril 2016) « les difficultés associées à la mesure des variations de

stocks de carbone, sur des intervalles de temps courts (inférieurs à cinq ans) ». En effet, l'obtention des valeurs de stocks de carbone est très contraignante, puisqu'elle nécessite la combinaison de deux données : la teneur en carbone et la densité apparente des sols. La mesure de densité apparente d'un sol est généralement longue, fastidieuse et implique de la main d'œuvre (méthode des cylindres, au sable, au densitomètre, etc.) ; la détermination des teneurs en carbone nécessite une longue préparation des échantillons (séchage, tamisage à 2 mm), est couteuse et exige un matériel adapté (étuve à 400°C pour la méthode par perte au feu, capteur de CO₂ pour la méthode de combustion sous flux d'oxygène, etc.).

Cette contrainte méthodologique constitue le cadre de cette étude, dont l'objectif est de faciliter, favoriser et démocratiser la détermination du stock de carbone des sols. Ainsi, elle propose une nouvelle méthode de mesure des stocks, in situ, rapide, fiable et peu chère à long terme, élaborée à partir de prélèvements et d'analyses de sols réunionnais. Cette méthode est basée sur l'utilisation d'un carottier thermique pour les prélèvements et les mesures de densité apparente, et sur un spectromètre ASD Proche Infrarouge pour les déterminations des teneurs en carbone. La technologie SPIR, largement utilisée dans de nombreux domaines, a fait ses preuves concernant la détermination des compositions chimiques des sols. Afin d'optimiser la méthodologie de terrain développée, l'étude des prédictions SPIR concernant directement les stocks de carbone est réalisée. Des résultats satisfaisants suggèreraient une détermination des stocks de carbone totalement in situ et de façon routinière, ce qui permettrait d'étendre largement les connaissances actuelles sur la dynamique de la séquestration du carbone. Une analyse des prédictions par SPIR des stocks de carbone in situ vient d'être publiée (Cambou et al. 2016), mais les résultats obtenus sont limités (R^2 entre 0,54 et 0,64). En effet, la prédiction des stocks de carbone des sols semble délicate à réaliser, puisque ce paramètre fait intervenir une propriété physique (densité apparente) des sols, supposée non détectée par SPIR.

2 Etat de l'art

2.1 Le stockage de carbone dans les sols

2.1.1 Le cycle du carbone

Le carbone présent sur Terre est réparti en différents réservoirs : la lithosphère, l'hydrosphère, l'atmosphère et la biosphère, cette dernière étant constituée des êtres vivants (plantes et animaux) et des sols.

La plus grande quantité de carbone se situe dans la lithosphère, et principalement sous forme de CaCO_3 dans les roches ; cette réserve représente 80 millions de Gigatonnes de carbone. La matière organique fossile (charbon, pétrole, gaz) constitue 20 000 Gigatonnes de carbone (CNRS, 2016).

La deuxième réserve est l'hydrosphère, où la quantité de CO_2 dissout s'élève à 38 000 Gigatonnes, principalement sous forme de HCO_3^- et de CO_3^{2-} (CNRS, 2016 ; Jacques & Saugier, 2008).

Les êtres vivants de la biosphère représentent une réserve allant de 450 à 650 Gigatonnes de carbone, cet élément chimique étant le principal constituant des protides, lipides et glucides (Prentice *et al.*, 2001). Les sols et les détritiques issus de l'activité des êtres vivants constituent un réservoir de 1 500 à 2 400 Gigatonnes (Batjes, 1996).

L'atmosphère terrestre contient 830 Gigatonnes de carbone (2011), ce qui représente 0.035% de sa masse totale (Prather *et al.*, 2012).

Ces différents réservoirs sont en interactions les uns avec les autres. Des échanges de carbone de natures biologiques et physico-chimiques s'opèrent, c'est le cycle du carbone.

La quantité de carbone dans l'atmosphère n'a cessé d'augmenter depuis la Révolution Industrielle, passant de 280 ppm à l'ère préindustrielle à 310 ppm en 2001 (Sparks, 2003). Les cent cinquante dernières années ont été marquées par une augmentation de 30 % de la quantité de carbone dans l'atmosphère, sous l'effet des émissions grandissantes de gaz à effet de serre comme le CO_2 et le CH_4 . Si la quantité de carbone augmente actuellement dans l'atmosphère, c'est parce qu'elle diminue dans les autres réservoirs : les composés fossiles libèrent du carbone par la combustion des réserves fossiles ; le compartiment biotique à travers la déforestation et les feux de forêt ; le sol sous l'effet de la mise en culture et d'autres activités anthropiques.

Il existe de nombreuses façons de réduire la quantité de CO₂ dans l'atmosphère, notamment en limitant l'utilisation des combustibles fossiles, au profit des énergies renouvelables comme l'énergie solaire, éolienne, hydraulique. Un autre moyen de diminuer la quantité de CO₂ atmosphérique est la séquestration du carbone dans les sols (Sparks, 2003).

2.1.2 Le carbone dans les sols

La réserve en carbone organique des sols dont la capacité est d'environ 2 400 Gigatonnes pour 2 m de profondeur, représente près de trois fois la réserve de carbone atmosphérique et plus de quatre fois la réserve biotique. En plus du carbone organique, les sols disposent d'une réserve de carbone inorganique à hauteur de 700-750 Gigatonnes de CO₃²⁻, particulièrement présente dans les horizons de subsurface des sols arides et semi-arides. Le carbone inorganique des sols provient des carbonates lithogénique, et dans une moindre mesure des carbonates pédogénétiques. Ces dernières sont les plus efficaces dans la séquestration du carbone. Les carbonates pédogénétiques se forment lorsque H₂CO₃ réagit chimiquement avec Ca²⁺ et/ou Mg²⁺ en solution de sol dans la portion supérieure du profil, avant de migrer vers les horizons plus profonds par infiltration. Le taux de séquestration de carbone à travers ce mécanisme est de l'ordre de 0.25 Mg C ha⁻¹ an⁻¹ (Sparks, 2003).

Par conséquent, les sols et tout particulièrement la matière organique, jouent un rôle immense dans le cycle du carbone, puisqu'ils constituent aussi bien des puits que des sources.

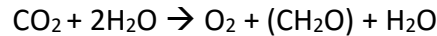
Cette étude se focalise sur le stockage du carbone organique uniquement, puisque l'objectif est de déterminer les facteurs influençant la dynamique de la matière organique, afin de favoriser les pratiques agronomiques les plus efficaces dans la séquestration du carbone dans les sols.

2.1.3 Le Stockage de carbone dans les sols

Les végétaux et animaux de la biosphère constituent l'interface qui permet le stockage dans les sols du carbone atmosphérique. Grâce au mécanisme de photosynthèse, les végétaux captent le CO₂, l'utilisent pour leur croissance et le restituent aux sols lors de leur mort, par apport de matière organique. Ces mécanismes de transfert sont développés dans cette partie.

L'entrée de carbone organique dans les écosystèmes terrestre se fait à travers le mécanisme de photosynthèse. Le chimiste Antoine Lavoisier (1743-1794) montre que les gaz

impliqués dans ce processus sont le dioxyde de carbone ou gaz carbonique (CO₂) et l'oxygène (O₂), selon la réaction :



Il a été prouvé, par l'utilisation d'isotopes, que l'oxygène libéré provient entièrement de l'eau. Le CO₂ fournit ainsi tout le carbone et l'oxygène de la matière formée (CH₂O), maillon élémentaire d'une molécule de glucose (C₆H₁₂O₆). La lumière solaire constitue l'énergie nécessaire à cette synthèse (Jacques & Saugier, 2008).

La photosynthèse permet à la plante d'élaborer de la matière organique, dont la quantité, appelée « production primaire brute » (PPB), s'exprime en masse de carbone par unité de surface de sol et par unité de temps. A l'échelle de la biosphère, la PPB sert environ pour moitié à la respiration des plantes, l'autre moitié représente la production primaire nette (PPN) utilisée pour la croissance des végétaux, tandis qu'une infime partie est consacrée à l'émission de composés organiques volatiles (COV).

La croissance réelle en carbone de la biomasse végétale vivante (dC_v*dt⁻¹) peut être calculée en soustrayant à la PPN les émissions de COV (F_{COV}), les pertes par mortalité (F_{mv}) et la consommation par les animaux (F_{cons}).

$$dC_v * dt^{-1} = PPN - F_{COV} - F_{mv} - F_{cons}$$

La croissance des animaux (dC_{an}*dt⁻¹) est égale à leur consommation F_{cons} à laquelle il faut soustraire la respiration R_{an} et les pertes par mortalité F_{ma}.

$$dC_{an} * dt^{-1} = F_{cons} - R_{an} - F_{ma}$$

Les végétaux et animaux morts (F_{mv} et F_{ma}) sont utilisés par les micro-organismes du sol et vont alimenter leur respiration (R_m). Une petite partie est cependant stockée dans le sol sous forme de matière organique, caractérisée par une couleur sombre et plus légère que la matrice minérale du sol. La variation du stock de carbone dans le sol (dC_s*dt⁻¹) se calcule en faisant la somme des apports en MO liés à la mortalité des végétaux et des animaux (F_{mv} + F_{ma}), à laquelle il faut soustraire la respiration des micro-organismes (R_m), la perte de carbone organique dissous (F_{DOC}) et de carbone inorganique dissous (F_{DIC}) dans l'eau de drainage, la perte de carbone particulaire F_{CP} liée au ruissellement, ainsi que les éventuelles émissions de CO et de CH₄ lors des feux.

$$dC_s * dt^{-1} = F_{mv} + F_{ma} - R_m - F_{DOC} - F_{DIC} - F_{CP} - F_{CO} - F_{CH_4}$$

A partir de ces relations, il est possible de calculer le bilan net de carbone d'un écosystème (dC_e*dt⁻¹) en additionnant ces trois relations.

$$dC_e * dt^{-1} = PPN - R_{an} - R_m - F_{COV} - F_{DOC} - F_{DIC} - F_{CP} - F_{CO} - F_{CH_4}$$

Dans un écosystème non perturbé, un état d'équilibre est atteint à terme, caractérisé par une stabilité des réservoirs de carbone dans la végétation (C_v), les animaux (C_{an}) et le sol (C_s). Ainsi, pour dC_e*dt⁻¹ = 0, on obtient la relation :

$$PPN = R_{an} + R_m + F_{COV} + F_{DOC} + F_{DIC} + F_{CP} + F_{CO} + F_{CH_4}$$

En revenant sur la troisième équation, le stock de carbone dans les sols dépend des entrées (F_{mv} et F_{ma}), et des sorties (R_m ; F_{DOC} ; F_{DIC} ; F_{CP} ; F_{CO} ; F_{CH_4}). Si les entrées sont supérieures aux sorties, le sol joue un rôle de puit et accumule du carbone ; dans le cas contraire, il s'agit d'une source, c'est-à-dire que le sol émet du carbone dans l'atmosphère.

Dans ce schéma, la principale sortie de carbone est R_m . La matière organique des végétaux et animaux morts, d'abord fragmentée par des décomposeurs comme les vers et les bousiers, est réduite à ses éléments minéraux par les micro-organismes, bactéries et champignons. L'azote des protéines est ainsi transformé en ammonium (NH_4^+) puis en nitrate (NO_3^-), le carbone en CO_2 , mais une petite fraction de cette matière organique, relativement stable, constitue l'humus qui sera dégradé beaucoup plus lentement par les micro-organismes. En général, le temps moyen de résidence (TMR) du carbone dans le sol est estimé à trente-huit ans, mais il est possible d'obtenir une datation au C^{14} de matière organique de plus de mille ans ; en effet, sa décomposition est ralentie par les basses températures (toundra, taïga), ou par un manque d'oxygène dû à l'inondation (tourbières). Cette décomposition incomplète de matière organique suffit à considérer le sol comme un réservoir de carbone deux fois supérieur à celui de la végétation (Jacques & Saugier, 2008).

Toujours d'après la troisième équation, d'autres facteurs jouent un rôle de sortie dans la quantité de carbone dans les sols. Il s'agit tout d'abord de F_{DOC} et F_{DIC} , liés à dissolution du carbone dans l'eau de drainage, qui sort alors du réservoir sol en alimentant la nappe phréatique, ou par exfiltration en aval. De plus, une des composantes de la troisième équation est représentée par les termes F_{CO} et F_{CH_4} , qui correspondent aux émissions de carbone dans l'atmosphère dues aux feux. Pour finir, la valeur F_{CP} montre la part du ruissellement dans la quantité de carbone dans les sols, ce qui suggère que l'occupation du sol joue un rôle dans le processus de séquestration. En effet, la couverture végétale protège de l'érosion et donc limite la perte de carbone particulaire. La conversion d'écosystèmes naturels en terrains agricoles joue un rôle majeur dans l'érosion des sols, et limite la séquestration de carbone dans les sols par d'autres processus. Les mises en culture, et notamment le labour, intensifient la respiration du sol, donc la minéralisation de la matière organique et la décomposition du carbone. Cet impact est plus important dans les régions tropicales que tempérées, en terre cultivée qu'en pâturage et est également plus marqué pour des sols aux taux de carbone élevés, par rapport aux sols initialement pauvres en carbone. La perte en carbone due aux mises en cultures est estimée à 60-80 Mg C ha⁻¹. En 1984, Schlesinger estime même les pertes en carbone des sols cultivés à $0.8 \cdot 10^{15}$ g C an⁻¹. Selon Lal (2001), certains sols présentent des taux de perte en carbone de l'ordre de 2 à 12 % an⁻¹, avec une diminution cumulative de 50 à 70 % par rapport aux taux initiaux. Les techniques de culture sans labour peuvent diminuer drastiquement les pertes en carbone en limitant les processus de minéralisation et d'érosion, et en favorisant la séquestration du carbone. En 1993, Kern et Johnson estiment que les pratiques sans labour en production agricole pourraient à elles seules épancher entre 277 et $452 \cdot 10^{12}$ g C, soit environ 1% des émissions dues aux combustibles fossiles. Les cultures de couverture comme les légumineuses, ainsi que les rotations de cultures pourraient également favoriser la séquestration de carbone dans les sols (Sparks, 2003).

2.2 Les techniques de détermination du stock de carbone dans les sols

La matière organique alimente le sol en carbone par sa surface, lors du dépôt des végétaux et animaux morts. Les teneurs en carbone maximales sont donc situées dans les premiers centimètres du sol, puis décroissent en profondeur. Afin de connaître le stock de carbone d'un sol ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{cm}^{-3}$), il est nécessaire de connaître le profil vertical de sa teneur ($\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$) et la masse volumique du sol sec ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$), aussi appelée densité apparente, mais calculée sans éléments grossiers. Comme le soulignent Jacques & Saugier (2008), « les analyses de sol étant longues et coûteuses, on se contente souvent des horizons superficiels jusqu'à trente centimètres ».

Les méthodes de détermination de la teneur en carbone et de la densité apparente des sols sont développées dans cette partie.

2.2.1 La détermination de la teneur en carbone des sols

2.2.1.1 La méthode par perte au feu (PAF)

La matière organique représente un indicateur solide de la teneur en carbone des sols. La méthode par perte au feu (PAF) s'appuie sur ce principe, en déterminant la teneur en carbone des sols selon la perte de masse de l'échantillon, après en avoir éliminé toute sa matière organique.

Le prétraitement nécessaire avant cette analyse est le séchage de l'échantillon, afin de ne pas considérer la perte en eau comme de la matière organique lors de la combustion. Le séchage se fait à 105°C , mais ce prétraitement peut provoquer la perte de composés organiques volatils (Schumacher, 2002).

Un échantillon de sol de masse connue est préalablement séché, placé dans un creuset en porcelaine, chauffé entre 350°C et 440°C pendant 24 heures, refroidi dans un dessiccateur, puis à nouveau pesé. La teneur en matière organique est alors obtenue en faisant le calcul suivant :

$$\text{MO} = [(A - B) \cdot 100] / A$$

Avec MO = Teneur en matière organique

A = Masse initiale de l'échantillon (après séchage et sans la masse du creuset)

B = Masse finale de l'échantillon (sans la masse du creuset)

La température de chauffe doit rester inférieure à 440°C afin d'éviter la destruction du carbone inorganique éventuellement présent dans l'échantillon. Un inconvénient de cette

technique est la perte en eau structurale due à la température élevée nécessaire à la combustion des échantillons. Cette perte surestime la masse totale perdue de l'échantillon, donc l'estimation de la teneur en matière organique. Il est possible d'éliminer cette eau structurale en traitant les échantillons à l'HCl et HF, mais l'HCl a tendance à dissoudre une partie de la MO, entraînant ainsi une sous-estimation de la teneur en MO totale de l'échantillon (Jackson, 1958).

Cette méthode permet de déterminer la teneur en matière organique du sol, il est donc nécessaire de convertir ces résultats en teneur en carbone organique. La masse de matière organique obtenue est divisée par la valeur conventionnelle de 1,724, basée sur l'estimation que la matière organique des sols contient 58 % de carbone organique. Par ailleurs, cette valeur n'est pas fixe et peut aller jusqu'à 2,5 ; la variation de ce facteur de conversion est due à l'influence des caractéristiques du sol sur la quantité de carbone contenu dans la matière organique. Ce facteur varie ainsi d'un sol à l'autre, d'un horizon à l'autre au sein du même sol, mais aussi du type de matière organique présent dans l'échantillon (Nelson and Sommers, 1996 ; Jackson, 1958).

2.2.1.2 La méthode au dichromate de potassium

Une autre technique de détermination de la teneur en carbone des sols s'appuie sur l'oxydation de la matière organique par le dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$). Le protocole le plus connu, et qui a servi de référence pour le développement d'autres méthodes, est celui élaboré par Walkley et Black en 1934. Il consiste à mélanger une petite quantité de sol (de l'ordre du gramme) à du dichromate de potassium (10 mL) et de l'acide sulfurique (H_2SO_4 , 20mL), puis de titrer la solution afin d'obtenir une valeur de matière organique oxydée (Walkley & Black, 1934). Cette manipulation est dangereuse parce qu'elle génère des déchets toxiques (Mc Dowell *et al.*, 2012).

2.2.1.3 La méthode d'analyse des gaz émis par la combustion du sol dans un flux d'oxygène

Une technique d'analyse chimique à sec très répandue consiste à brûler l'échantillon de sol autour de 1000°C sous oxygène pure, dans un appareil muni d'un capteur à CO_2 . A ces températures, le carbone organique présent dans l'échantillon va former du gaz carbonique en se combinant avec l'oxygène, et les mesures de CO_2 ainsi enregistrées permettent de déterminer le carbone organique du sol. Comme vu précédemment dans la méthode par perte au feu, le carbone inorganique peut être dégradé à partir de 440°C, et est intégralement détruit à 1350°C. Cette technique est donc destinée aux sols contenant très peu de carbone inorganique. De plus, cette méthode est coûteuse et longue, puisque l'échantillon doit être

séché et tamisé avant la combustion afin de ne traiter que la terre fine du sol (Nelson and Sommers, 1996; Schumacher, 2002).

2.2.2 La détermination de la densité apparente

La densité apparente se calcule en faisant le rapport entre le poids sec de l'échantillon et son volume au moment de son prélèvement.

$$DA = P/V$$

Avec DA : Densité apparente

P : Poids sec de l'échantillon

V : Volume de l'échantillon au moment du prélèvement

Il existe plusieurs méthodes de détermination de la densité apparente, que ce soit en laboratoire (à la paraffine) ou directement sur le terrain (aux cylindres, au sable, à l'eau, au densitomètre à membrane, par gammamétrie).

2.2.2.1 Méthode à la paraffine

La méthode à la paraffine consiste à prélever une motte (d'un volume idéal de 20 à 50 cm³) de l'échantillon, à la peser et à la tremper dans de la paraffine liquide (qui l'enrobe extérieurement sans pénétrer dans les pores, imperméabilisant ainsi la motte). L'ensemble est à nouveau pesé afin de connaître la masse de la paraffine, et d'en déduire ainsi son volume (sa densité étant connue). Le tout est alors immergé grâce à un trébuchet dans un volume d'eau connu, et son volume peut être déterminé grâce à la poussée d'Archimède ainsi exercée. Le volume de la motte initiale est obtenu en soustrayant à ce volume total celui de l'enveloppe de paraffine calculé précédemment.

Cette technique présente pour avantage de pouvoir déterminer le volume de mottes humides ou sèches (jusqu'à leur limite de désagregation), mais est très délicate à réaliser : risque d'effritement de la motte lors des manipulations, comme pour la pesée ; nécessité de chasser toutes les bulles d'air éventuellement accrochées à la motte paraffinée au moment de l'immersion dans l'eau (Audry *et al.*, 1973). De plus, cette technique nécessite de ramener l'échantillon au laboratoire, en prenant soin s'assurant de conserver le volume de l'échantillon au moment du prélèvement.

2.2.2.2 Méthode aux cylindres

La technique aux cylindres constitue la méthode de référence, et est la plus communément utilisée. Son principe est d'enfoncer dans le sol, sans tasser, un cylindre biseauté de volume interne connu, de l'extraire en veillant à ne pas perdre de mottes, et à araser ses deux extrémités. Le contenu des cylindres après séchage est rapporté au volume connu du cylindre, ce qui permet de calculer la densité apparente du sol. Cette technique est précise puisqu'elle fournit un échantillon intact de sol de volume connu, est la seule applicable aux sols submergés, et permet d'étudier le gonflement du sol en place. Par ailleurs, elle nécessite un biseautage convenable du cylindre, un rapport diamètre sur hauteur suffisant, un enfoncement rectiligne par chocs ou force continu, une résistance à la pénétration peu élevée et une adhérence au cylindre faible afin d'éviter tout tassement. De plus, cette méthode est longue et fastidieuse, ne permet pas de prélèvements très profonds, et la présence d'éléments grossiers et de racines peuvent perturber l'opération ou même fausser les mesures de volumes (Audry *et al.*, 1973).

2.2.2.3 Méthode au sable ou à l'eau

Les méthodes au sable et à l'eau consistent à aplanir la surface du sol, à créer une cavité (idéalement 500 cm³) en récupérant la totalité du sol ainsi extrait, à placer un sac étanche dans cette cavité puis à le remplir d'eau ou de sable calibré et sec. La détermination du volume de l'eau ou du sable, associé à la masse de la terre sèche extraite de la cavité, permet de calculer la densité apparente du sol. Cette technique est longue et nécessite beaucoup de précision, aucune fissure ne doit laisser s'écouler le sable ou l'eau, le sac doit épouser parfaitement les parois et rugosités de la cavité, et une attention particulière doit être portée à la fin du remplissage, afin d'obtenir une surface identique à la surface avant prélèvement (Audry *et al.*, 1973).

2.2.2.4 Méthode au densitomètre à membrane

Le principe de détermination de la densité apparente au densitomètre à membrane est le même que pour la méthode au sable ou à l'eau, puisqu'il s'agit également de déterminer le volume de sol prélevé en remplaçant le sol extrait d'une cavité par de l'eau. L'instrument est muni d'un piston, qui refoule un volume d'eau dans une membrane souple et étanche pour épouser la forme de la cavité. Le point délicat consiste à ne pas exercer une pression trop forte et prolongée, qui risque d'augmenter le volume de la cavité. Cette méthode nécessite du soin,

de la minutie, n'est pas rapide, et comme les méthodes au sable ou à l'eau, ne peut être appliquée à des sols gorgés d'eau (Audry *et al.*, 1973).

2.2.2.4.1 Par gammamétrie

Les trois méthodes développées précédemment sont fondées sur la détermination de la densité apparente d'un sol en considérant son volume de sol au moment du prélèvement, contrairement à la technique par gammamétrie. Cette dernière consiste à creuser à la tarière deux trous verticaux dans le sol et d'y placer des tubes en aluminium. Dans l'un est déposé une source gamma, dans l'autre un compteur. La méthode se fonde sur la mesure de l'intensité atténuée N , qui correspond au nombre de photons gamma émis dans le sol, selon la formule :

$$N = N^{\circ} e^{-uPl}$$

Avec N = Intensité atténuée

N° = Intensité initiale (nombre de photons initiaux)

u = Coefficient massique d'atténuation du matériau (coefficient d'absorption massique du sol)

P = Densité apparente

l = Longueur du parcours (épaisseur du sol traversée par les photons)

e = Constante de Néper

En connaissant u , l et N° , il est possible de calculer P , la densité apparente du sol étudié (Baize, 2000). Cette méthode présente deux inconvénients pouvant entraver la mesure : tout d'abord, la distance entre les deux tubes (source et compteur) doit être parfaitement connue, ils doivent donc être exactement parallèles ; de plus, l'eau intervient dans le coefficient massique d'atténuation, la densité apparente obtenue concerne donc l'ensemble sol et eau, il est alors nécessaire d'effectuer une correction d'humidité (Audry *et al.*, 1973). Enfin, cette technique est dangereuse, puisqu'elle fait intervenir des éléments radioactifs.

2.3 La spectroscopie

L'outil que propose cette étude afin de déterminer les stocks de carbone dans les sols, est la spectrométrie (ou spectroscopie) proche infrarouge (SPIR). Cette technique s'est considérablement développée depuis son invention, son évolution au cours du temps et son principe sont présentés dans cette partie.

2.3.1 Historique de la technique

2.3.1.1 La naissance de la spectroscopie

En 1800, l'astronome William Herschel s'intéresse à la chaleur dégagée par les objets chauds, chaleur ressentie sans contact, transmise dans l'air. Il découvre alors l'existence de l'infrarouge en constatant qu'un thermomètre sensible placé dans la région invisible du spectre solaire, au-delà du rouge, affiche une augmentation de température. Il considère alors, pour la première fois, l'infrarouge comme un rayonnement invisible et en conclut que la lumière et l'infrarouge sont deux aspects d'un même phénomène, connu aujourd'hui sous le nom de rayonnement électromagnétique. Cette idée est reprise par Ampère en 1835, qui affirme que ce rayonnement infrarouge est de même nature que le rayonnement visible et, par conséquent, doit en posséder des propriétés identiques : propagation rectiligne, réflexion, réfraction etc. En 1847, Fizeau et Foucault déterminent les longueurs d'onde du rayonnement infrarouge. Dès lors, les recherches concernant l'infrarouge permettent la conception d'appareils de détection de plus en plus sensibles (Barchewitz, 1955).

Une étape importante est franchie au début des années 1880. Partant du constat que la plaque photographique (inventée en 1829 par Niepce et Daguerre) présente une sensibilité au proche infrarouge, Abney et Festing enregistrent, en 1881, des spectres de liquides organiques dans la gamme 1 à 1.2 μm . Ces travaux constituent non seulement les premières mesures en proche infrarouge concrètes, mais permettent surtout les premières interprétations. En effet, Abney et Festing reconnaissent à la fois des groupements atomiques et l'importance de la liaison hydrogène dans le spectre proche-infrarouge (Burns & Ciurczak, 2001). Stimulé par ces découvertes, Coblentz réalise un spectromètre avec un prisme de sel gemme et une thermopile sensible, connectés à un galvanomètre. Cet instrument, très sensible aux vibrations et aux perturbations thermiques, permet à Coblentz d'enregistrer, en 1905, les spectres de plusieurs centaines de composés, dans la région de longueurs d'ondes de 1 à 15 μm . Il découvre alors que chaque composé a une signature spectrale unique, même s'ils sont constitués des mêmes éléments (par exemple, les isomères propan-1-ol et propan-2-ol). A partir de là, de nombreux groupes moléculaires sont caractérisés et il émet l'hypothèse de séries harmoniques connexes. Coblentz donne ainsi un nouvel outil aux chimistes, la

spectroscopie, qui leur permet d'obtenir des informations sur la structure des composés (Burns & Ciurczak, 2001).

Au cours de la première moitié du vingtième siècle, de nombreux chercheurs étoffent cette base de données spectrale mais du fait du petit nombre de scientifiques ayant accès aux instruments, la spectroscopie proche infrarouge reste peu utilisée.

Les années 1950 sont alors marquées par une demande croissante en termes de déterminations quantitatives rapides de l'humidité, des protéines et de l'huile contenus dans les produits agronomiques. Karl Norris, de l'United States Department of Agriculture (USDA), est chargé de l'étude de céréales. Il choisit d'utiliser la technologie SPIR et de travailler avec des moyens primitifs comparés aux standards d'aujourd'hui (Burns & Ciurczak, 2001). Il publie une étude en 1962 où il explique avoir extrait l'eau des graines par du méthanol, avant de la doser par transmission. Cette technique, améliorée par la suite, permet alors l'analyse directe en réflexion diffuse (Prouteau, 2008).

En 1965, Bower et Hanks utilisent la réflectance et l'absorbance afin de caractériser l'humidité, la matière organique et la texture des sols. A cette époque, la complexité des spectres en proche infrarouge cantonne les applications analytiques au dosage de certains constituants, ce type d'application ne nécessitant que quelques longueurs d'ondes pour être efficace (Prouteau, 2008).

En 1968, Ben-Gera & Norris publient leur premier travail basé sur l'application de la régression linéaire multiple (MLR) à la calibration, dans l'analyse de produits agricoles. Jusqu'en 1970, seulement 50 articles en rapport avec le NIR ont été écrits (Burns & Ciurczak, 2001).

Le domaine d'application de la SPIR connaît un réel essor dès 1970, à partir du développement simultané de l'optique, de l'électronique, et surtout de l'informatique et de la chimiométrie. Aujourd'hui, la SPIR est une technique communément utilisée dans des secteurs très variés, comme la pétrologie, la chimie fine, la pharmacie, l'agronomie (Prouteau, 2008).

2.3.1.2 La spectroscopie en pédologie

En pédologie, l'utilisation de la SPIR dans la prédiction des taux de carbone total (Ct) et d'azote total (Nt) des sols débute dans les années 70 et s'intensifie dans les années 90 (Barthès *et al.*, 2006).

Cette technique non-destructive, rapide, peu coûteuse est très utilisée en pédologie, l'utilisation de la SPIR dans l'étude de la composition des sols s'intensifie à partir des années 90 (Ben-Dor et Banin, 1990 ; Barthès *et al.*, 2006 ; Stenberg *et al.*, 2010). L'intérêt grandissant pour la SPIR dans l'étude des sols permet le développement de techniques de terrain (Viscarra Rossel *et al.*, 2009). En effet, la littérature montre, de manière générale, que les analyses *in situ* sont efficaces, notamment dans la prédiction de la teneur en carbone organique des sols

(Stevens et al., 2008). Gras *et al.* affirment en 2014 que l'estimation de la composition du sol, et particulièrement l'estimation de la teneur en carbone organique, est plus précise à partir de spectres acquis directement sur une carotte prélevée à la tarière qu'à partir d'acquisitions spectrales en laboratoire sur des échantillons séchés et tamisés, parce que la cohésion de la carotte améliore la réflectance de l'échantillon.

Par ailleurs, très peu d'études ont été réalisées concernant la prédiction *in situ* des stocks de carbone, c'est-à-dire en ajoutant la propriété densité apparente à la concentration en carbone organique des sols (Cambou *et al.*, 2016).

2.3.2 Du principe général de la spectrométrie aux caractéristiques de la SPIR

2.3.2.1 Le principe général de la spectrométrie

Le spectre électromagnétique est composé de plusieurs rayonnements de nature différente : les rayons gamma, les rayons X, l'ultraviolet (UV), le visible, l'infrarouge (IR) et enfin les ondes radioélectriques.

Soumises à ces rayonnements, les molécules d'un corps réagissent et leur comportement varie en fonction de la nature du rayonnement en question. Par exemple, sous l'effet des UV, les molécules se dissocient ; elles vibrent dans l'IR et tournent lorsqu'elles sont exposées aux micro-ondes (Barthès & Brunet, date inconnue).

Le comportement des molécules d'un corps soumis à un rayonnement IR est dû à l'absorption par le corps d'une partie du rayonnement incident. En effet, une portion de ce rayonnement est absorbée, une autre est réfléchi par le corps et la dernière partie de cette radiation incidente est transmise (Figure 1). La SPIR consiste à mesurer l'absorption (ou la réflectance) d'un corps soumis à un rayonnement IR afin d'en déterminer ses constituants.

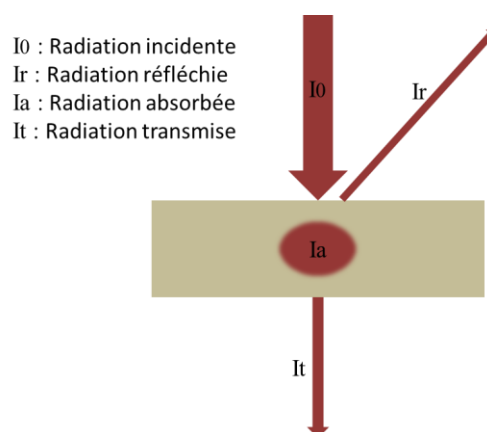


Figure 1 : La réflectance, l'absorbance et la transmission d'un rayonnement appliqué à un corps.

Dans l'IR, les liaisons chimiques qui lient les atomes entre eux au sein d'une molécule vibrent selon des longueurs d'ondes spécifiques, et ce, en fonction du type et de la force de la liaison, de la masse des atomes, de l'environnement. Ces vibrations se traduisent par des allongements, des rétrécissements et des déformations angulaires des liaisons, dus à l'attraction ou la répulsion atomique. Par exemple, la molécule CH₂ peut vibrer suivant six modes vibrationnels différents (étirement symétrique et antisymétrique, cisaillement, bascule, torsion, agitation) (Burns & Ciurczak, 2001).

La fréquence du rayonnement qui vient frapper la liaison de la molécule est égale à la fréquence de vibration de cette liaison, c'est ce qui provoque l'absorption de l'énergie lumineuse par la molécule. Ainsi, il est possible de relier une longueur d'onde à une liaison (par exemple, 1 900 nm correspondent à la liaison H-OH de la molécule d'eau). De plus, la quantité d'énergie absorbée suit la loi de Beer-Lambert (1) et l'absorbance est proportionnelle à la concentration du constituant. Un constituant peut donc être dosé en quantifiant ses liaisons chimiques spécifiques.

$$(1) \quad A = \epsilon l C \quad \text{Avec} \quad \begin{array}{l} A : \text{Absorbance} \\ \epsilon : \text{Coefficient d'extinction molaire} \\ l : \text{Trajet optique} \\ C : \text{Concentration de la solution} \end{array}$$

En vibrant les atomes de la molécule suivent un mouvement périodique dont la fréquence est appelée fréquence de vibration. Une vibration se produit quand la molécule absorbe un quantum (soit la plus petite mesure indivisible) d'énergie E correspondant à une vibration de fréquence ν , selon la relation $E=h\nu$, où h est la constante de Planck. Cette relation doit être vérifiée pour qu'une transition vibrationnelle se produise, mais ce n'est pas la seule condition. En effet, la vibration doit être suffisamment forte pour entraîner la variation du moment dipolaire de la molécule.

Le premier quantum d'énergie absorbé par une molécule alors dans son état de plus basse énergie, c'est-à-dire non-excité, correspond à une vibration dite fondamentale. Cette vibration fondamentale correspond au passage du nombre quantique vibrationnel $\nu = 0$ à $\nu = 1$ (2). Lorsque deux quanta sont absorbés, la molécule est alors excitée et la vibration qu'elle produit s'appelle une harmonique (transition $\nu = 1$ à $\nu = 2$). En théorie, la première harmonique a une fréquence équivalente à deux fois la fréquence de la fondamentale. Dans la réalité, les vibrations des molécules sont anharmoniques, la fréquence de la première harmonique est sensiblement inférieure à deux fois la fréquence de la fondamentale et l'excitation des harmoniques supérieures demande progressivement de moins en moins d'énergie. Le

comportement des molécules est alors considéré comme un oscillateur anharmonique (Figure 2), avec une variation des niveaux d'énergie de type :

$$(2) \quad \Delta E_{vib} = h\nu[1 - (2\nu + \Delta\nu + 1)y]$$

Avec

- ΔE_{vib} : Variation des niveaux d'énergie
- h : Constante de Planck
- ν : Nombre quantique vibrationnel
- y : Facteur anharmonique

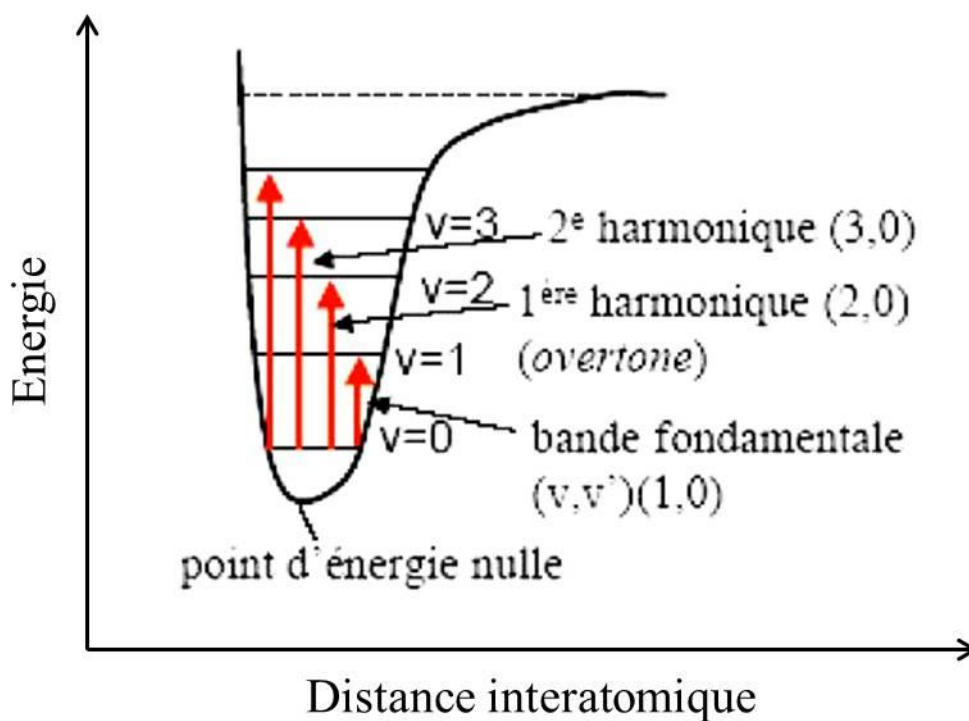


Figure 2 : Evolution de l'énergie en fonction de la distance interatomique (modèle de l'oscillateur anharmonique) et représentation des transitions vibrationnelles fondamentales et harmoniques. Schéma adapté de El Hajji & Zaydoun, date inconnue.

2.3.2.2 Le découpage du spectre infrarouge

La partie infrarouge du spectre électromagnétique est divisé en trois régions : le proche (NIR), le moyen (MIR) et le lointain infrarouge (FIR), nommées en fonction de leur distance au spectre visible (Figure 3,Tableau 1).

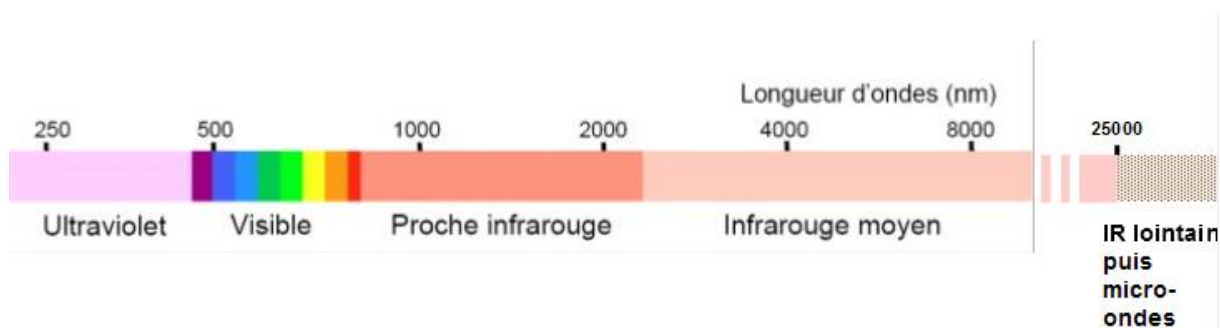


Figure 3 : Les différentes zones du spectre électromagnétique.

Région	Nombre d'onde	Longueur d'onde	Vibrations
Lointain Infrarouge	10 – 400 cm ⁻¹	1 000 µm – 25 µm	Rotationnelles
Moyen Infrarouge	400 – 4 000 cm ⁻¹	25 µm – 2.5 µm	Fondamentales
Proche Infrarouge	4 000 – 12 500 cm ⁻¹	2.5 µm – 0.8 µm	Harmoniques

Tableau 1 : Caractéristiques principales des trois régions de l'Infrarouge. Tableau adapté de Siesler et al., 2008.

Le lointain infrarouge permet d'étudier les transitions de rotation pure de molécules, ainsi que les bandes vibrationnelles de basse fréquence de molécules. Cette technique est principalement utilisée en minéralogie, géologie cosmique, volcanologie, planétologie et astronomie.

La région du moyen infrarouge présente les bandes d'absorption des fondamentales, généralement dues à la vibration de l'ensemble de la molécule (Barchewitz, 1955). Dans cette région, l'eau est fortement absorbée, ce qui réduit le nombre d'onde exploitable du spectre. La spectrométrie moyen infrarouge nécessite généralement une préparation de l'échantillon sauf en analyse ATR (Attenuated Total Reflection) (Burns & Ciurczak, 2001).

En proche infrarouge, les groupements chimiques présentant une absorption sont principalement de la forme X-H, où X correspond aux atomes de carbone, d'oxygène, de soufre ou d'azote, et H à l'atome d'hydrogène. La SPIR est donc très favorable à l'étude des

molécules organiques, dont les groupements C-H, O-H et N-H sont majoritaires. De plus, les liaisons hydrogènes sont détectables dès les premières harmoniques. La SPIR fournit des spectres qui contiennent donc énormément d'informations. Cette caractéristique permet d'obtenir des données à haute résolution spectrale, qui se prêtent particulièrement bien aux traitements chimiométriques. Enfin, la spectroscopie proche infrarouge présente un coût relativement bas. La prise de mesure est rapide, facile et ne détruit pas l'échantillon. En analyse de sol, l'étape la plus longue et coûteuse (à terme) reste la préparation de l'échantillon (séchage, tamisage), aspect sur lequel de nombreux scientifiques cherchent à développer des techniques de spectrométrie de terrain (Stevens et al., 2008 ; Cambou *et al.*, 2016).

3 Matériel et méthode

Les sols étudiés correspondent à des sols variés de l'île de la Réunion. Les caractéristiques physiques de l'île sont d'abord détaillées ici, afin de cerner les particularités des échantillons traités.

L'étude portant sur une mise au point méthodologique pour la détermination *in situ* des stocks de carbone dans les sols, les protocoles utilisés sont détaillés dans la deuxième section de cette partie.

Enfin, les traitements réalisés sur les données spectrales sont développés en dernière partie.

3.1 Caractéristiques générales du site de l'étude : l'île de la Réunion

Entre 21°07 de latitude sud et 55°32 de longitude est, la Réunion est une île volcanique de 2 512 km² dans l'Océan Indien Occidental, entre Madagascar et la dorsale médio-indienne. Avec les îles Maurice et Rodrigues, elles forment l'archipel des Mascareignes, du nom du navigateur portugais, Mascarenhas, qui découvrit la Réunion en 1512. Par ailleurs, l'île n'appartient pas au plateau des Mascareignes, mais repose, isolée, sur le plancher océanique (Defos Du Rau, 1960).

Sa morphologie lui confère des climats très contrastés, et est responsable de son extrême hétérogénéité en termes de répartition de la population. Ses actuels 840 000 habitants se concentrent à 80% sur la frange littorale (entre 0 et 400 mètres d'altitude), la moitié de l'île est inhabitée, tandis que le million d'habitant est prévu à l'horizon 2 025 (DDRM, 2016-b). L'économie de l'île est basée sur la culture de la canne à sucre, dont les parcelles couvrent 57% de sa superficie agricole (DAAF, 2016).

3.1.1 La géologie

L'île de la Réunion est constituée de deux complexes volcaniques : le Piton des Neiges au Nord-Ouest qui a entraîné l'émergence de l'île il y a environ 3 millions d'années, éteint depuis 12 000 ans et qui culmine à 3 070 m ; et le Piton de la Fournaise au Sud-Est, apparu il y a environ 1 million d'années, toujours en activité et culminant à 2 631 mètres (Figure 4) (DDRM, 2016-a). L'affaissement du Piton des Neiges et l'érosion ont entraîné la formation de trois cirques (Cilaos, Mafate, Salazie), aux versants abrupts et escarpés, aux vallées encaissées. Ces trois cirques sont séparés par des planèzes (la Roche Ecrite, le Grand Bénare), ces plateaux volcaniques de surface triangulaire qui convergent vers le sommet du Piton des Neiges (Defos Du Rau, 1960).



Figure 4 : L'île de la Réunion, carte retouchée de Google Earth.

Deux théories existent concernant la genèse de l'île de la Réunion. D'une part, l'hypothèse du « Hot-spot » considère que le point chaud à l'origine du volcanisme des trapps du Deccan a également entraîné l'émergence des trois îles des Mascareignes (Rodrigues, Maurice, Réunion). Par ailleurs, cette théorie est très incertaine puisque contrairement aux îles Hawaii et à la Polynésie française, il n'existe aucune relation directe entre l'âge des appareils volcaniques et la distance par rapport à l'axe de la ride. D'autre part, les partisans de la seconde théorie s'appuient sur le fait que l'île de la Réunion se positionne dans le prolongement d'une dorsale fossile, datée de 60 millions d'années, pour proposer la réactivation de ce paléorift comme cause de l'émergence de l'île (Montaggioni & Nativel, 1988).

L'opinion générale veut que les planèzes (la Roche Ecrite, le Grand Bénare) soient les restes d'un seul appareil volcanique, lui-même à l'origine de l'émergence de l'île ; les travaux de Rivals en 1951 bouleversent les données acquises. Il met en valeur l'existence d'un soubassement ancien, une vaste coupole sans cratère dont le niveau supérieur se trouve à 1 200 mètres d'altitude, et suppose des épanchements de nappes à l'origine de cette masse de laves amorphes. Dans cette configuration, il affirme que le massif du Piton des Neiges est le résultat d'une combinaison d'au moins quatre volcans successifs, et que la Fournaise, encore active, est le reflet des éruptions bien plus importantes qui édifièrent la totalité de l'île, laquelle repose sur le socle beaucoup plus ancien (Rivals, 1951, cité par Defos Du Rau, 1960).

Des dépôts datant de la formation de l'île, c'est-à-dire du socle ancien, sont encore visibles à la Réunion. Elles correspondent à la série des « Océanites anciennes », datées entre 3 000 000 et 2 100 000 d'années (Raunet, 1991). Une série appelée « Océanites récentes » les surplombent, laves à empilement stratoïdes (« aa » et « pahoehoe »), datées de 2 100 000 à 430 000 ans (stade volcan-bouclier du Piton des Neiges). S'ensuit un repos d'environ 90 000 ans, qui amorce une différenciation chimique des laves (des basaltes riches en olivine vers les laves alcalines plus riches en silice, les hawaïites) au moment où une phase d'activité reprend, de 340 000 et 250 000 ans (Figure 5). De 230 000 à 70 000 ans, la pétrographie des laves change, elles ne contiennent plus d'olivine, les mugéarites deviennent dominantes. Entre 40 000 et 15 000 ans, projections aériennes et nuées latérales se sont succédées (tuf jaune, cendres, ponces noires, ponces bréchiques). Pratiquement tous les formations mises en places depuis 230 000 ans sont recouvertes par des cendres, allant jusqu'à 300 mètres d'altitude, émises par le Piton des Neiges entre 15 000 et 12 000 ans (Raunet, 1991).

Les éruptions du Piton de la Fournaise sont de nature exclusivement basaltique, les roches les plus anciennes sont datées de 535 000 ans (Figure 5). L'histoire de La Fournaise a marqué le paysage essentiellement par l'effondrement (290 000 BP) puis le remplissage (150 000 BP) d'une caldera au niveau de l'actuelle Plaine des Palmistes, et d'une seconde formée il y a 40 000 ans (appelée « Caldera des Sables », dont une partie du rempart occidental est aujourd'hui bien conservé), comblée entre 35 000 et 12 000 ans. Régulièrement en éruption, le Piton de la Fournaise constitue un des volcans les plus actifs au monde (Raunet, 1991).

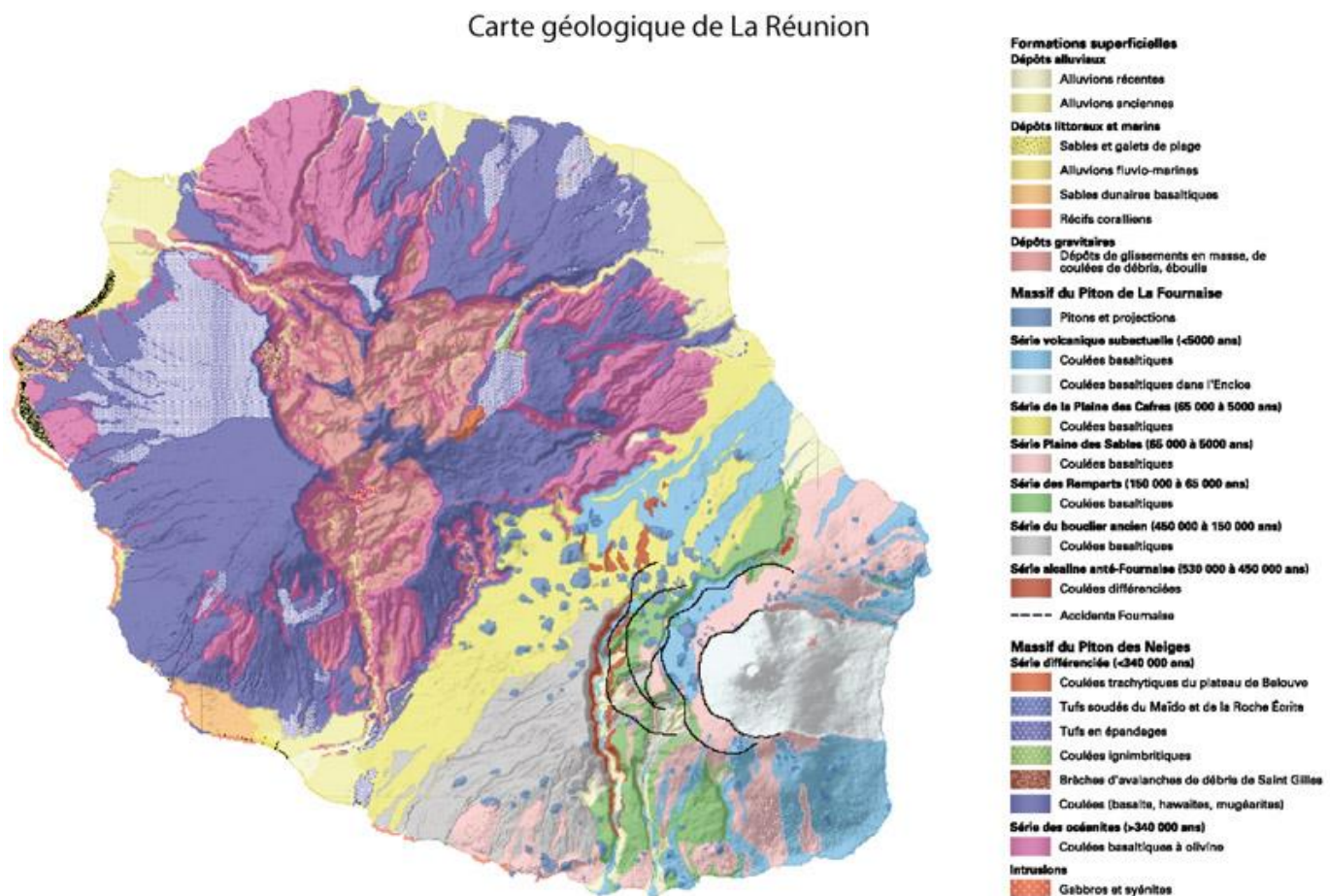


Figure 5 : Carte géologique de la Réunion. Source : DDRM 2016-a.

3.1.2 Le climat

De par sa situation océanique, sa latitude australe assez basse, la « compacité » de son orographie et son altitude élevée, La Réunion dispose d'un climat très contrasté.

Pour comprendre le climat qui caractérise l'île, il est nécessaire de voir les mécanismes de circulation des différentes masses d'air. Ces circulations sont provoquées par l'interaction entre les hautes et basses pressions :

- La zone des basses pressions équatoriales qui évolue entre 20° de latitude Nord (été boréal) et 15° de latitude Sud (été austral), qui définit la zone de convergence intertropicale (ZCIT) caractérisée par ses masses pluvio-nuageuses.

- La zone des hautes pressions subtropicales constituée principalement de deux centres anticycloniques (l'anticyclone du Cap et l'anticyclone de l'Océan Indien), entre 30 et 40° de latitude Sud.
- Les basses pressions polaires, entre 50 et 65° de latitude Sud.

C'est principalement l'interaction entre les basses pressions équatoriales et l'anticyclone de l'Océan Indien qui engendre la circulation des Alizés, vents déviés sous l'effet de la force de Coriolis. Ainsi, ce vent chargé d'humidité arrive sur l'île de La Réunion suivant une direction Sud-Est/Nord-Ouest. A la rencontre avec l'île, l'ascendance forcée contre les reliefs génère des pluies orographiques sur la façade « au vent » (Sud-Est), tandis que le versant sous le vent (Nord-Ouest) bénéficie, par effet de foehn, d'un temps plus sec et ensoleillé. Les moyennes pluviométriques annuelles sur l'ensemble de l'île montrent bien cette distinction entre les versants Est et Ouest (Figure 6) (Raunet, 1991).

Ce schéma général est cependant contrarié par l'évolution de l'activité et de la position des centres barométriques au cours de l'année. Ainsi, on distingue deux saisons :

- La première correspond à l'hiver austral « frais », du 15 avril au 15 novembre. L'anticyclone de l'Océan Indien se rapproche de la Réunion (vers 30 – 35° de latitude au Sud-Est de l'île) et génère un fort régime d'alizé (30 – 60 km/h) ; il décharge son humidité sur le versant au vent tandis que c'est la saison sèche sur le versant sous le vent. A cette période, c'est la saison fraîche pour l'ensemble de l'île car l'équateur thermique est le plus au nord et l'air polaire remonte. Les températures les plus basses sont généralement enregistrées en juillet, août et septembre (Tableau 2).
- La seconde est l'été austral « chaud », du 15 novembre au 15 avril, avec les températures les plus élevées enregistrées en janvier, février et mars (Tableau 2). Tous les centres d'actions se décalent vers le Sud, la ZCIT descend sous l'équateur (15° Sud) et se rapproche de la Réunion, tandis que l'anticyclone de l'Océan Indien est rejeté vers le Sud-Est (40° Sud). Le régime des alizés donne généralement des vents moins forts, mais plus irréguliers et toujours chargés d'humidité. Sous l'effet de la force de Coriolis, des perturbations tropicales peuvent se détacher de la ZCIT, provoquant alors d'intenses précipitations, des vents violents et de fortes houles. Ces perturbations peuvent évoluer en cyclones, aux trajets imprévisibles, et dont les pluies vont concerner l'ensemble de l'île.

Les températures sont influencées sur toute l'île par la position de l'équateur thermique, ainsi que par l'orientation des vents : la région sous le vent (Ouest) est en moyenne de 1 à 2°C plus chaude que la région au vent (Est). Le gradient thermique moyen est de 0,65°C pour 100 mètres de dénivellation ; l'hétérogénéité topographique et altitudinale de la Réunion entraîne une grande diversité des températures de l'île, comme le montrent le Tableau 2 et la Figure 6 (Raunet, 1991).

	Moyennes annuelles	Moyenne des maxima	Moyenne des minima
0-100 mètres	23 ° à 26 °	27 ° à 29 ° 5	17 ° à 21 °
100-500 mètres	20 ° 5 à 23 °	24 ° 5 à 27 ° 5	15 ° à 19 °
500-1000 mètres	16 ° à 21 °	20 ° 5 à 26 °	11 ° à 16 °
1000-1500 mètres	14 ° à 17 °	19 ° à 21 °	9 ° 5 à 13 ° 5
1500-2000 mètres	12 ° à 17 °	17 ° à 19 °	7 ° à 10 °
Plus de 2000 mètres	Moins de 12 °	Moins de 17 °	Moins de 7 °

Tableau 2 : Moyennes des températures selon l'altitude (Raunet, 1991).

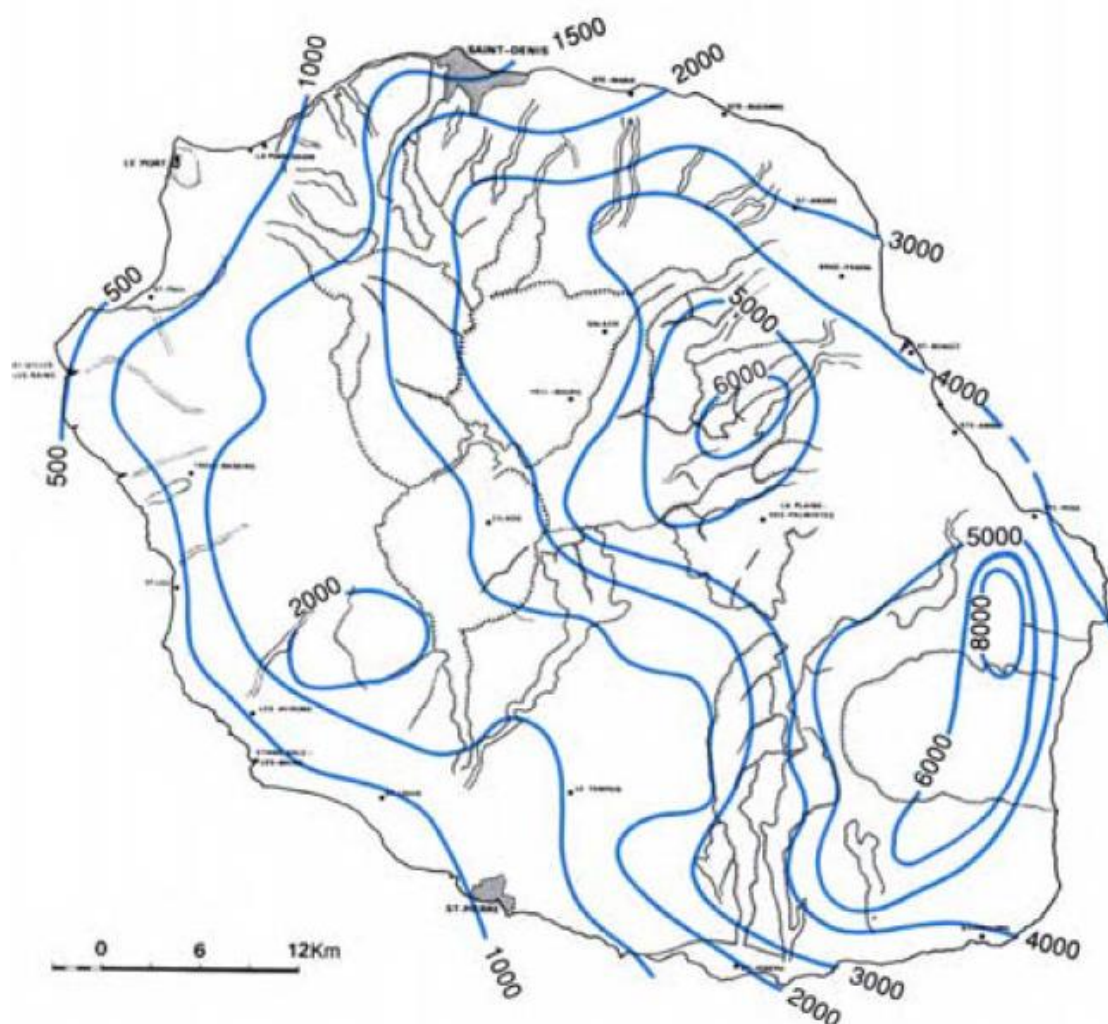


Figure 6 : Pluviométrie moyenne en mm pour la période 1958 – 1980 (Raunet, 1991).

3.1.3 La végétation et l'agriculture

De par sa topographie et son exposition, la Réunion présente une végétation très différenciée, globalement répartie en cercles concentriques autour des sommets (Piton des Neiges, la Fournaise).

Le climat subaride du littoral Nord-Ouest sous le vent crée une zone de savane semi-aride (*Heteropogon contortus*, *Bothriochloa pertusa*, *Acacia farnesiana*, *Prosopis juliflora*, *Dichrostachys cinerea*, *Leucaena leucocephala*, *Casuarina equisetifolia*, etc.) entre Saint-Denis et Saint-Pierre, s'étalant jusqu'à 200 m d'altitude au niveau du Port (Figure 7).

Entre cette savane (ou directement le littoral pour l'Est) et 600 mètres d'altitude se situe la ceinture de cannes à sucre, qui représente de loin la principale culture de l'île (Figure 7). A environ 1 000 mètres d'altitude pour le versant sous le vent, se développent des cultures de géranium (*Geranium*), puis plus haut, des cultures vivrières maraîchères et fruitières : litchis (*Litchi chinensis*), bananes (*Musa*), mangues (*Mangifera indica* L.), ananas (*Ananas comosus*), chou coco (*Cocos nucifera*), palmiste (*Acanthophoenix rubra*), laitues (*Lactuca sativa*), tomates (*Solanum lycopersicum*), brèdes (*Acmella oleracea*), potirons (*Cucurbita maxima*), haricots (*Phaseolus vulgaris*) (DAAF La Réunion, 2013 ; DAAF La Réunion, 2013 ; Rival, 1952, cité par Raunet, 1991).

Au-delà (700 mètres pour l'Est, 1 600 mètres dans l'Ouest) une bande de forêt secondaire à espèces introduites, comme le goyavier (*Psidium cattleianum*) ou le jam-rose (*Syzygium jambos*), fait la transition avec la forêt primitive à bois de couleur (*Labourdonnaisia calophylloides*, *Cordemoya integrifolia*, *Syzygium cymosum*, *Tambourissa quadrifida* v. *micrantha*, *Mimusops maxima*, *Chionathus broomeana*, *Diospyros borbonica*, etc.).

Entre 1 500 et 1 800 mètres d'altitude se développe un étage très spécifique à la Réunion, celui des Tamarins (*Acacia heterophylla*), espèce endémique de l'île.

Cet étage précède celui des landes de l'étage supérieur, entre 1 600 et 1 900 mètres (Piton des Neiges), où les formations de fourrés éricoïde à touffes ou arbustes (*Philippia montana*, *Stoebe passerinoides*, *Phyllica nitida*, *Senecio hubertia*) se développent dans des milieux où les sols sont très minces ou absents.

Enfin, les coulées subactuelles et actuelles de la Fournaise ne portent généralement qu'une végétation pionnière à base de lichens et de fougères, comme des touffes très éparses de *Cynoglossum borbonicum* (première végétation qui s'installe avant même les lichens), des graminées (*Festuca borbonica*, *Agrostis salaziensis*, etc.), ou des herbacées (*Costularia melicoides*, *Carex borbonica*, etc.) (Raunet, 1991, tiré de Rival, 1952).

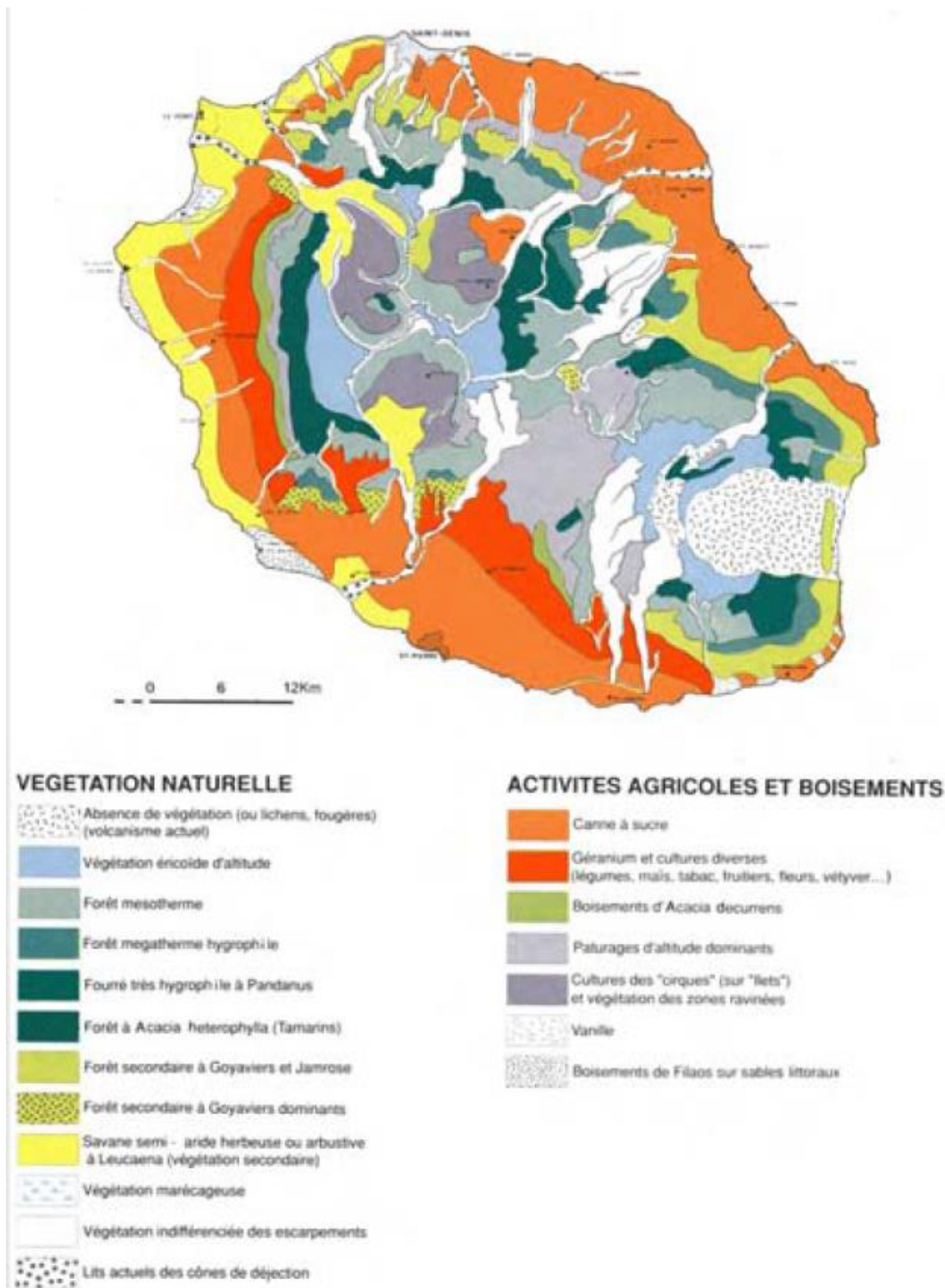


Figure 7 : La végétation de la Réunion. Source : Raunet, 1991.

3.1.4 Pédologie

3.1.4.1 Localisation des différents types de sols à la Réunion

La répartition des sols à la Réunion dépend des composantes détaillées précédemment, c'est-à-dire du substrat géologique et du climat. Ainsi, les sols peuvent être regroupés en différentes catégories.

Tout d'abord, la forte pluviosité et les hautes températures favorisent l'hydrolyse des minéraux des matériaux anciens, et donc la pédogenèse ferralitique. Ainsi, c'est sur les dépôts volcaniques anciens, en moyenne de plus de 75 000 ans, exposés aux vents et à basse ou moyenne altitude, que se développent les ferralsols. Les planèzes les plus anciennes (de plus de 200 000 ans) sont fortement soumises à l'érosion, il existe donc très peu de sols fortement ferralitiques peu tronqués ; par ailleurs, il existe davantage de sols faiblement à moyennement ferralitiques, développés sur des planèzes moins anciennes (75 000 à 200 000 ans).

Ensuite, un matelas de pyroclastites cendro-tuffeuses récent (15 000 – 40 000 ans) recouvre une majeure partie du massif du Piton des Neiges et de la Fournaise ; le substrat est donc le même pour une grande partie de l'île. La zonation des sols est alors, dans ces conditions, déterminée par le climat et l'altitude : sols bruns de 0 à 350 mètres, sols bruns andiques de 350 à 600 mètres, andosols non perhydratés de 600 à 1 300 mètres, andosols perhydratés de 1 300 à 1 600 mètres, puis andosols podzoliques au-delà de 1 600 mètres (Raunet, 1991).

Ces types de sols constituent la grande majorité de l'île, bien que des différenciations complexes puissent être faites au sein même de ces catégories. Cette étude se restreint à cette typologie, et se base sur la carte simplifiée de la carte morpho-pédologique réalisée par Raunet en 1988 (Figure 8).

Il est à noter qu'une proportion non-négligeable de l'île est dépourvue de sols. En effet, le Piton de la Fournaise est marqué par des formes volcano-tectoniques fraîches, encore peu disséquées et altérées. De plus, la morphologie compacte et fortement accidentée de l'île entraîne une dissection très active des versants, alors découpés par des entailles profondes (« ravines »). L'érosion très active est responsable de bad-lands en altitude, et de coulées boueuses (causées pour la plupart en périodes de cyclones), et de vastes cônes de déjection à gros galets.

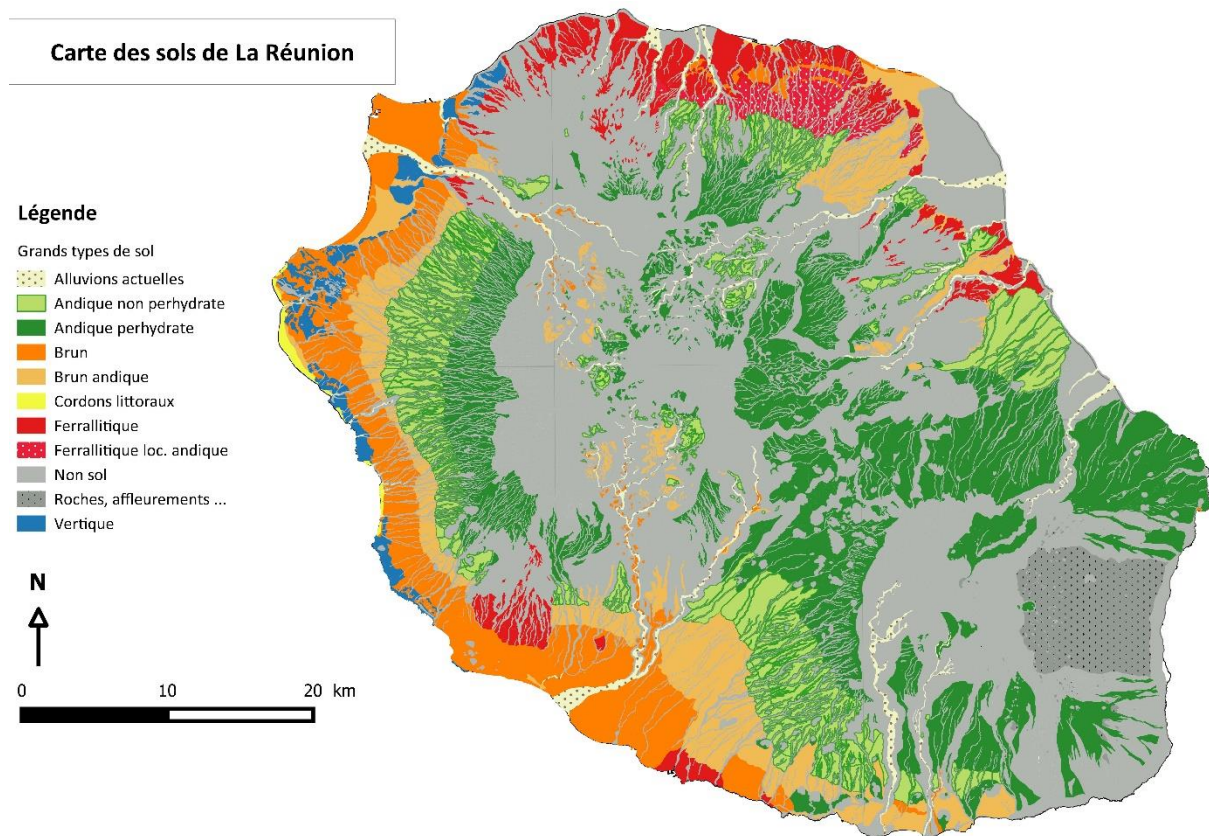


Figure 8 : Carte simplifiée des sols de la Réunion selon Raunet (1991).

3.1.4.2 L'évolution des sols à la Réunion, facteur explicatif de leur différenciation

3.1.4.2.1 Les caractéristiques des andosols

La roche-mère sur laquelle se développent les sols de la Réunion est exclusivement volcanique. Cette particularité engendre la formation d'andosols, qui évoluent sous l'influence du climat et de l'âge des matériaux sous-jacents.

Le terme « Andosol » provient du japonais, *an* signifiant noir et *do*, sol. Ces sols se développent sur des dépôts pyroclastiques récents (Holocène), sous tous les climats, latitudes et positions géographiques (Japon, Nouvelle-Zélande, hauts plateaux des Andes, Nouvelle-Guinée, Indonésie, etc.), excepté sous conditions climatiques hyper-arides (FAO, 2015 ; Quantin, 1972). Par ailleurs, les andosols sont plus fréquents et plus typiques en climat perhumide, tropical ou tempéré (Quantin, 1982).

Ils sont caractérisés par des propriétés très particulières : une capacité de rétention d'eau et une valeur de capacité d'échange anionique et cationique anormalement élevées, pour des teneurs relativement faibles en particules inférieure à 2 μ . De plus, cette capacité de rétention

d'eau s'abaisse très sensiblement et irréversiblement après dessiccation à l'air, et la valeur de capacité d'échange varie très fortement avec le pH. Ces particularités sont dues à leur composition minéralogique et chimique ; en effet, ils contiennent une forte proportion de substances amorphes, correspondant aux matières « primaires » provenant des verres volcaniques originels et aux colloïdes minéraux « secondaires » non ou mal cristallisés comme des gels d'hydroxydes et des alumino-silicates « amorphes », désignés sous le nom « d'allophanes ». Un profil d'andosol est généralement peu différencié, de couleur sombre, a une densité apparente faible (inférieure à 0,85), une texture qui semble limoneuse, une structure farineuse et se caractérise par une thixotropie (libération d'eau ou d'une masse fluide non collante, après éclatement d'une motte de sol normalement humide, sous l'effet d'une pression des doigts) (Quantin, 1982). Les propriétés des allophanes confèrent aux andosols une structure très stable à l'eau, leur octroyant une forte porosité et une faible susceptibilité à l'érosion. Les andosols sont généralement très riches en matière organique (jusqu'à 40%). Ce paramètre est encore une fois lié à la présence des substances amorphes, puisqu'il existe des complexes allophanes – matière organique très stables et résistants.

Les sols issus de matériaux volcaniques récents sont souvent considérés comme très fertiles. Les andosols, bien qu'avec des caractères physiques généralement favorables d'un point de vue agronomique (forte porosité, bon drainage, structure faible, assez forte capacité en eau utile), présentent souvent des problèmes de fertilisation dus à leurs caractères chimiques. Ainsi, le phosphore, bon indicateur de la fertilité des sols, est présent de manière importante dans les andosols ; par ailleurs, dans ces sols riches en minéraux primaires, une fixation énergique du phosphore s'opère par les substances amorphes, ce qui conduit, finalement, à une très faible disponibilité de cet élément pour les plantes (à l'exception des sols peu évolués à substances amorphes très siliceuses) (Quantin, 1972). Ainsi, trois cas peuvent être observés :

- Les andosols jeunes « vitriques », peu évolués et peu acides, riches en phosphore assimilable, mais relativement fragiles, car ils se dessèchent et s'épuisent rapidement en azote et en bases échangeables. Leur potentiel agricole et pastoral est modéré.
- Les andosols non perhydratés, saturés, assez évolués, extrêmement fertiles. Ces sols supportent un usage agricole intensif, bien qu'ils puissent présenter des problèmes hydriques saisonniers (sécheresses).
- Les andosols perhydratés, moins évolués, aux propriétés hydriques favorables mais présentant deux handicaps : un climat trop humide et un défaut d'ensoleillement, et des propriétés chimiques défavorables, comme une forte rétention du phosphore et une désaturation en bases échangeables. Ces sols ne sont pas favorables à une exploitation agricole intensive, mais sont plutôt aptes à la prairie ou la forêt (Figure 7 et Figure 8).

Le climat a donc un impact sur l'évolution des andosols, et donc leur fertilité. Les andosols représentent plus de 57% (2003) de la surface cultivée sous canne à sucre à la Réunion (Pouzet *et al.*, 2003 cité par Cirad, date inconnue ; Quantin, 1982).

3.1.4.2.2 L'évolution des andosols, à l'origine de la typologie contrastée des sols de la Réunion

Les matériaux pyroclastiques, roche-mère des andosols, sont riches en verres très finement divisés. Leurs structures poreuses entraînent leur altération très rapide, qui fournit des solutions hyper-concentrées ; ces solutions forment des gels de silice d'alumino-silicates et d'hydroxydes, qui absorbent rapidement les acides humiques. Ces conditions entravent la genèse des minéraux purs et bien cristallisés. C'est donc principalement le matériau d'origine qui a conditionné la formation, exceptionnellement abondante chez les andosols, des substances amorphes dont les allophanes. Par ailleurs, le climat influence le processus : un climat très humide et plutôt chaud accentue l'altération et l'abondance des produits amorphes. A l'inverse, un climat aride retarde le mécanisme, favorise rapidement l'apparition d'argiles, voir même d'horizons indurés (tapetate, cangahuas d'Amérique Centrale et du Sud). Enfin, un climat froid favorise la podzolisation, ce qui explique la présence d'andosols à caractères podzoliques à la Réunion, au-delà de 1 600. Ces deux composantes (roche-mère et climat) expliquent donc la répartition des sols à la Réunion (Quantin, 1982 ; Quantin, 1972).

Si les andosols se développent sur des matériaux volcaniques jeunes, c'est parce qu'une altération trop longue entraîne la transformation des allophanes en une argile bien cristallisée, l'halloysite. La durée de ce processus est estimée entre 8 000 et 9 000 ans (Aomine & Miyauchi, 1963). La formation d'halloysite est également favorisée par le prolongement des saisons sèches. La présence de cet élément, au détriment des allophanes, montre une transition typologique du sol considéré ; en fonction de l'âge du sol, il s'agira d'abord d'un sol brun andique, puis d'un sol brun, puis d'un ferralsol (quand ce processus est très avancé) (Figure 9).

Fig. 8 - Evolution des Sols dérivés de roches volcaniques pyroclastiques / temps et climat

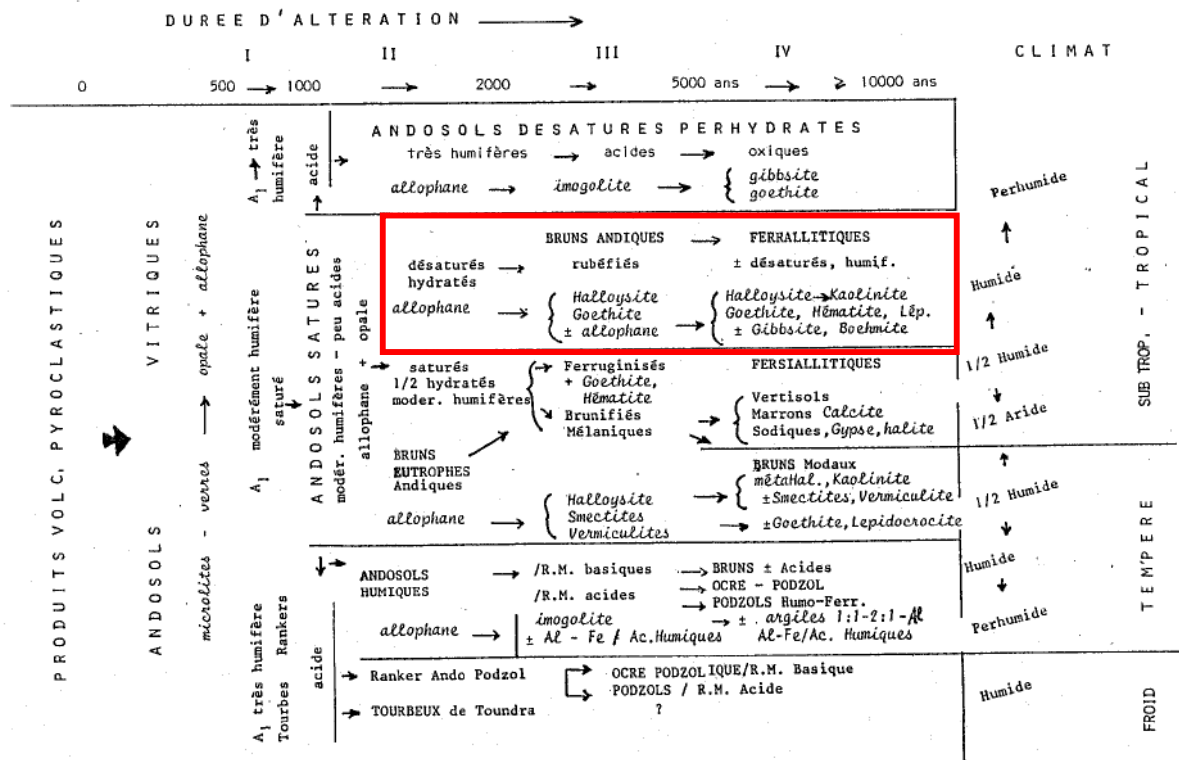


Figure 9 : L'évolution des sols dérivés de roches volcaniques pyroclastiques sous l'effet du temps et du climat (le cas de la Réunion en rouge). Source : Quantin, 1982.

Cela explique la répartition des sols de la Réunion : les sols bruns andiques, qui constituent d'anciens andosols évoluant lentement vers des sols bruns, sont situés en aval des andosols où le climat est plus sec (Figure 8). Ces sols bruns andiques ont des indices de fertilité très bas pour le phosphore, les plus hauts pour le potassium, et ils représentent 16,5 % (2003) de la surface cultivée en canne à sucre à la Réunion (Pouzet *et al.*, 2003 cité par Cirad, date inconnue). Les sols bruns, toujours sous l'effet de l'assèchement du climat, se répartissent dans les plus basses altitudes (Figure 8). Enfin, la formation des ferralsols est due, au-delà du gradient d'humidité, au temps nécessairement long d'altération, puisqu'il s'agit d'andosols très âgés et très évolués. Plus le sol est évolué, plus la quantité d'halloysite dans sa composition est élevée, au détriment des allophanes ; or, la particule d'halloysite, de par sa forme, fixe beaucoup moins bien le phosphore que les particules d'allophanes (Theng *et al.*, 1982). Ainsi, la quantité de phosphore assimilable est plus importante pour les sols bruns que pour les andosols, et plus importante pour les ferralsols que pour les sols bruns. Les ferralsols (formés sur des cendres, des tufs ou des laves volcaniques) ont une densité apparente de 0,7 à 0,9, sont très fertiles mais sont extrêmement vulnérables à l'érosion. Les sols bruns occupent (2003) 12,9 % de la surface cultivée en canne à sucre de la Réunion, pour 12,6 % pour les ferralsols (Quantin, 1972 ; Pouzet *et al.*, 2003 cité par Cirad, date inconnue).

3.2 Choix des sites de prélèvement

L'objectif de cette étude est de développer une méthode permettant l'analyse *in situ* des stocks de carbone dans les sols. Il est donc nécessaire d'échantillonner une large gamme de situations, afin d'obtenir la plus grande diversité des variables (types de sols, pratiques agricoles, altitude, etc.). En effet, le but est de reproduire la technique de terrain développée ; elle doit donc être applicable de manière générale et dans des situations variées.

Le choix des sites de prélèvement, dans cette étude, est donc basé dans un premier temps sur la diversité des sols de la Réunion. Les sites d'échantillonnage sont sélectionnés en s'appuyant sur la carte des sols simplifiée de Raunet (1991) (Figure 10). Onze sites sont retenus pour l'analyse et le traitement des données (Prélèvements 2 à 12). Les sites 2 à 7 ne sont échantillonnés qu'une seule fois, tandis que l'allègement du protocole au cours de la campagne de terrain permet de réaliser trois répétitions de prélèvements par site (8 à 12) (Tableau 3 Figure 10).

Le partenariat entre le CIRAD et le centre de recherche eRcane, du groupe Tereos Ocean, Indien a permis de réaliser la quasi-totalité des prélèvements sous canne à sucre, dans des parcelles d'essai visant à améliorer les variétés cultivées à la Réunion.

De par la contrainte de temps, peu de sol de prairie ont été échantillonnés, mais les prélèvements se poursuivent afin d'alimenter cette base de données.

Carte des sols de La Réunion et sites prélèvements du projet C@RUN

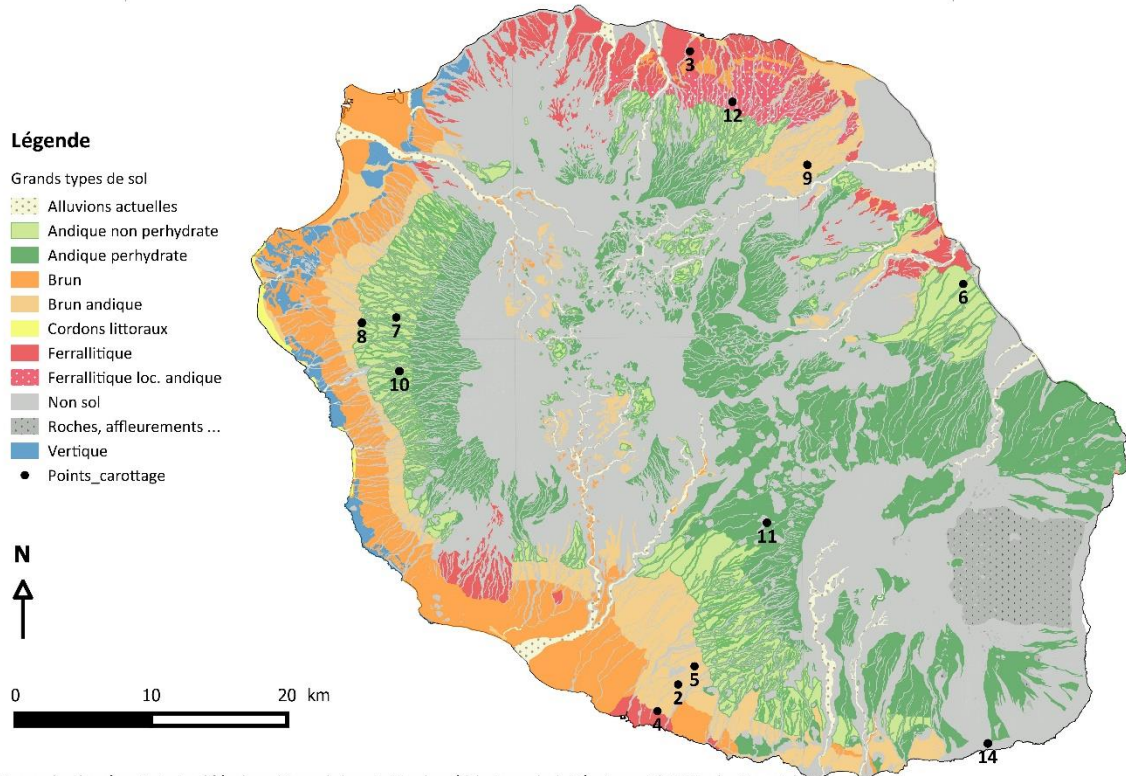


Figure 10 : Localisation des sites de prélèvement en fonction de la carte des sols simplifiée de Raunet (1991).

Prélèvement	Date	Nom exploitant	Site	Type de sol	Type de culture	Age culture (an)	Pente	Localisation dans la parcelle	Test NAF	Coordonnée X	Coordonnée Y	Altitude
2	2016/02/29	SCAB	Ringuin	Brun Andique	CAS	5	Faible	Bas	NON	55.515734	-21.323802	332
3	2016/03/02	CIRAD	La Mare	Nitisol	CAS	6	Faible	Haut	NON	55.5282946	-20.903041	45.7
4	2016/03/09	SCAB	Terre rouge	Brun Andique	CAS	10	Faible	Bas	NON	55.500962	-21.341404	145.6
5	2016/03/16	SCAB	Berive	Brun Andique	CAS	4,5	Faible	Haut	NON	55.5274941	-21.311814	533
6	2016/03/23	ERCANE	Beaufond	Andique non-perhydraté	CAS	5	Faible	Bas	OUI	55.720258543	-21.0592428668	51
7	2016/03/30	ERCANE	Vue-Belle-2	Andique non-perhydraté	CAS	10	moyenne	Milieu	OUI	55.318619992	-21.0779774568	1008
8a	2016/04/07	ERCANE	Vue-Belle-1	Andique non-perhydraté	CAS	4	Faible	Haut	NON	55.2942841	-21.081073	734,8
8b	2016/04/07	ERCANE	Vue-Belle-1	Andique non-perhydraté	CAS	4	Faible	Haut	NON	55.2942254	-21.0813	734,8
8c	2016/04/07	ERCANE	Vue-Belle-1	Andique non-perhydraté	CAS	4	Faible	Haut	NON	55.2941886	-21.081561	734,8
9a	2016/04/13	ERCANE	Menciol	Brun Andique	CAS	6	Faible	Haut	OUI	55.6107333	-20.979265	345
9b	2016/04/13	ERCANE	Menciol	Brun Andique	CAS	6	Faible	Haut	OUI	55.6106372	-20.979203	379
9c	2016/04/13	ERCANE	Menciol	Brun Andique	CAS	6	Faible	Haut	OUI	55.6105445	-20.979142	379
10a	2016/04/19	TECHER	Colimacon Haut	Andique non-perhydraté	PRA	20	Faible	Haut	OUI	55.3206899	-21.113714	1115
10b	2016/04/19	TECHER	Colimacon Haut	Andique non-perhydraté	PRA	20	Faible	Haut	OUI	55.3205117	-21.113654	1128
10c	2016/04/19	TECHER	Colimacon Haut	Andique non-perhydraté	PRA	20	Faible	Haut	OUI	55.3203067	-21.113725	1129
11a	2016/04/27	SICA-LAIT	Plaine des cafres	Andique perhydraté	PRA	16	Faible	Milieu	OUI	55.5795908	-21.216848	1605
11b	2016/04/27	SICA-LAIT	Plaine des cafres	Andique perhydraté	PRA	16	Faible	Milieu	OUI	55.5798049	-21.216733	1605
11c	2016/04/27	SICA-LAIT	Plaine des cafres	Andique perhydraté	PRA	16	Faible	Milieu	OUI	55.5798164	-21.216977	1605
12a	2016/05/02	BARAU	Beaufond-Sainte-Marie	Nitisol Localement Andique	CAS	10	moyenne	Haut	OUI	55.5580908	-20.93701	346
12b	2016/05/02	BARAU	Beaufond-Sainte-Marie	Nitisol Localement Andique	CAS	10	moyenne	Haut	OUI	55.5580286	-20.936861	353
12c	2016/05/02	BARAU	Beaufond-Sainte-Marie	Nitisol Localement Andique	CAS	10	moyenne	Haut	OUI	55.5580171	-20.93678	356

Tableau 3 : Les caractéristiques des sites de prélèvement.

3.3 La description des Protocoles

Cette partie est composée de deux sections : le protocole initial qui permet de comparer les différentes méthodes testées dans le cadre de cette étude, et le protocole final, allégé, réalisé à partir d'une unique méthode pour chaque donnée mesurée.

3.3.1 Méthodologie initiale

Afin de mettre en place un protocole de détermination *in situ* des stocks de carbone des sols, la méthodologie initiale comprend de nombreuses manipulations et répétitions, afin de comparer la méthode proposée et la méthode de référence. L'ensemble de cette méthodologie est décrite dans cette partie, selon les activités journalières à réaliser.

3.3.1.1 Terrain, jour J

3.3.1.1.1 Matériel de terrain

3.3.1.1.1.1 CAROTTAGE

- Un carottier à percussion avec moteur thermique COBRA TT
- Une gouge de diamètre de 8.8 centimètres pour une longueur 40 centimètres, avec une fenêtre ouverte sur la longueur de la gouge, d'une largeur de 7 centimètres. Cette gouge présente une extrémité biseautée, ce qui facilite sa pénétration dans le sol lors du prélèvement.
- Une gouge de diamètre 8.4 cm pour une longueur d'1 mètre, avec une fenêtre fermée de largeur égale au diamètre de la gouge, sur toute la longueur. Cette gouge n'est pas biseautée, il est donc nécessaire de disposer un embout métallique biseauté à l'extrémité de la gouge, qui permettra la pénétration de la gouge dans le sol. Cette pièce métallique, non fixée à la gouge, reste au fond du trou après l'extraction de la carotte, il faut donc utiliser une tarière à rallonge (afin d'ameublir le sol) puis un crochet au long manche afin de le récupérer.
- Un extracteur de gouge, soit une chaîne en métal enroulée autour de la gouge qui se fixe à l'extrémité d'une barre métallique, elle-même disposée sur un support en métal, formant ainsi un système de levier.

3.3.1.1.1.2 CYLINDRES

- Trois cylindres en acier d'une hauteur de 10 cm pour un diamètre de 10,8 cm
- Une masse
- Une planche en bois
- Outils : Une bêche, une pioche, une petite pioche à main, transplantoir, des grands couteaux, une grande truelle rectangulaire
- Bassines
- Mètre

3.3.1.1.1.3 AUTRE

- Table de terrain
- Balance
- Sacs en plastique de 20g
- Un grand sac en plastique pour emballer la gouge de 40 cm

3.3.1.1.2 Méthodologie

3.3.1.1.2.1 La « Carotte SPECTRO »

Une première carotte est prélevée avec la gouge de 40 cm, après avoir enlevé les résidus organiques et éléments grossiers présents en surface au niveau de l'emplacement de la gouge. La fenêtre de cette gouge est grossièrement nettoyée, afin d'enlever les mottes restées collées sur les parois externes de la gouge. Cette carotte est alors emballée dans un sac en plastique afin d'en conserver l'humidité, et rapportée telle qu'elle au laboratoire ; elle sert aux analyses spectrométriques (« Carotte SPECTRO »).

3.3.1.1.2.2 La « Carotte DENSITE »

Après un autre nettoyage rapide de surface du sol, une seconde carotte est prélevée avec la gouge d'un mètre, à moins d'un mètre de distance du prélèvement de la « Carotte SPECTRO » (Figure 11). Dès son extraction, la fenêtre est ouverte et des échantillons de 10 cm de profondeur sont différenciés (traces au marqueur sur la gouge tous les 10 cm). La carotte

de sol est découpée tous les 10 cm à l'aide d'un couteau. Ces échantillons de 10 cm de diamètre et de 10 cm de profondeur sont mis dans des sacs en plastique de 20g, et pesés immédiatement sur le terrain. Ces échantillons sont ensuite ramenés au laboratoire, et servent aux analyses de densité (« Carotte DENSITE »).

3.3.1.1.2.3 Les Cylindres

La première étape de prélèvement des cylindres consiste à délimiter un périmètre carré d'environ 60 cm de côté, qui ne devra pas être piétiné durant toute l'opération. A partir de là, trois premiers cylindres en acier sont disposés en ligne sur le sol, après un dernier nettoyage rapide de la surface du sol. Les trois cylindres sont séparés de quelques centimètres, et placés selon une ligne perpendiculaire aux rangs de canne à sucre. Les cylindres prennent les noms a, b et c (Figure 11), et sont entièrement dans le sol grâce à la planche en bois et la masse. Le sol à l'extérieur des cylindres est alors dégagé grâce aux outils (petite pioche, pelle, couteaux,...). Lorsqu'ils sont suffisamment dégagés, leur extraction se fait en insérant la truelle rectangulaire sous leur base afin d'éviter toute perte de sol. Chaque cylindre est alors arasé minutieusement, afin de conserver le volume exact de sol prélevé. Le cylindre est ensuite vidé dans une bassine grâce aux divers outils et aux couteaux, puis les échantillons récupérés sont disposés dans des sacs en plastique de 20g. Chaque échantillon est alors pesé sur le terrain, puis ramené au laboratoire.

Afin de réaliser les autres prélèvements de cylindres, les dix premiers centimètres de sol à côté de la première rangée de cylindres prélevés sont dégagés grâce à la petite pioche et au transplantoir. Une fois qu'une surface plane est obtenue à 10 cm de profondeur, la deuxième série de cylindres est disposée parallèlement à la série précédente, et à quelques centimètres de distance. L'ordre nominatif a, b et c des cylindres est le même que pour la série précédente, afin que tous les cylindres de nom a, b et c soient respectivement sur la première, la deuxième et la troisième ligne, selon un quadrillage. Le protocole est alors le même avec ces cylindres qu'avec les précédents, en surface (dégagement et extraction des cylindres, décapage, récupération et pesée des échantillons). Alors, l'épaisseur de sol entre 0 et 20 cm de profondeur, au-delà de cette deuxième ligne de cylindres, est dégagée à la pioche et à la bêche. Sur une surface plane à 20 cm de profondeur, la dernière série de cylindres, correspondant aux échantillons de profondeur 20-30 cm, est disposée et extraite suivant le même protocole que les deux précédentes (Figure 11).

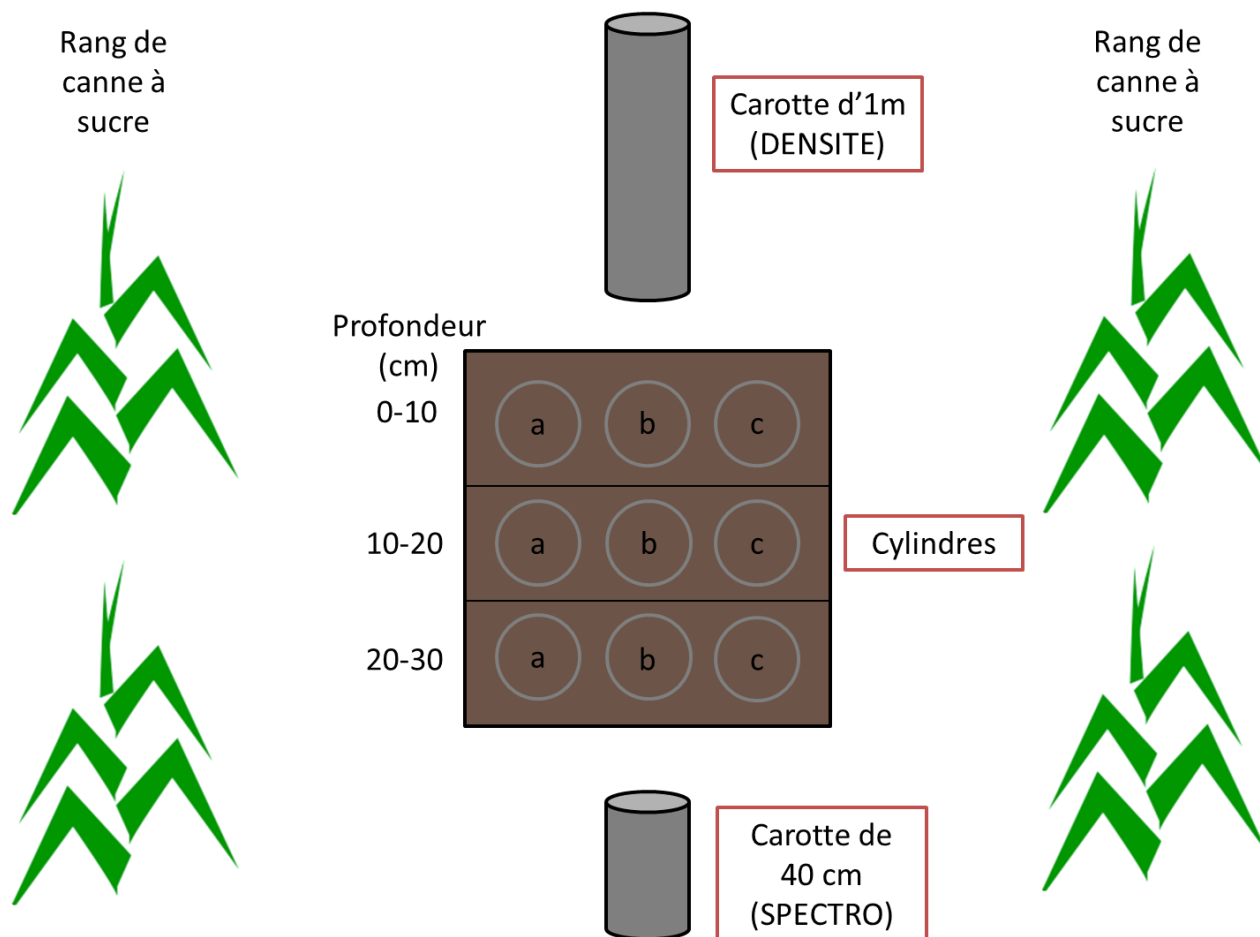


Figure 11 : Localisation des différents prélèvements dans un rang de canne à sucre.

3.3.1.2 Laboratoire, jour J

3.3.1.2.1 Matériel de laboratoire

3.3.1.2.1.1 Spectrométrie (CAROTTE SPECTRO)

- Spectromètre Portable Proche Infrarouge ASD (NIRS-Near Infrared Spectroscopy)
- Grandes barquettes en aluminium

3.3.1.2.1.2 Densité Apparente (CAROTTE DENSITE + CYLINDRES)

- Grandes barquettes en aluminium
- Petites barquettes en aluminium
- Tamis de 2 mm
- Planche à découper, masse, bassines

3.3.1.2.2 Méthodologie

3.3.1.2.2.1 CAROTTE DENSITE

Les échantillons, déjà pesés sur le terrain, sont versés et émiettés dans des barquettes en aluminium. Ils sont alors mis à sécher à l'air libre pendant 48 heures.

3.3.1.2.2.2 CYLINDRES

Tout comme les échantillons de la Carotte DENSITE, ceux prélevés aux cylindres déjà pesés sur le terrain en frais, sont versés et émiettés dans des barquettes en aluminium. De la même façon, ils sont laissés à l'air libre pendant 48 heures.

3.3.1.2.2.3 CAROTTE SPECTRO

3.3.1.2.2.3.1 *Acquisitions spectrales de prélèvements de sol FRAIS*

3.3.1.2.2.3.1.1 Préparations

3.3.1.2.2.3.1.1.1 *De l'échantillon*

Arrivée au laboratoire, la Carotte SPECTRO est dégagée du sac plastique, et arasée au couteau sur toute la longueur et la profondeur de la fenêtre ouverte. Ce décapage a pour rôle de nettoyer le prélèvement de sol, qui a été contaminé par toutes les profondeurs de sol puisque la fenêtre de la gouge est constamment ouverte. De plus, le fait de trancher longitudinalement la carotte permet de réaliser une acquisition spectrale sur une coupe de l'échantillon, donc une surface plane sur laquelle va venir se coller la lentille du NIRS. Une fois la coupe dégagée, la carotte est divisée en échantillons de 10 cm, délimités par une trace au marqueur sur la gouge.

Avant la première acquisition spectrale de la journée, une Checkcell est réalisée afin de vérifier le bon fonctionnement de l'appareil. L'acquisition consiste à coller la lentille du spectromètre portable contre la vitre de la checkcell, en restant immobilisé durant les quelques secondes nécessaires à la prise de mesure. La valeur de validation doit être d'environ 9, afin de certifier de la fiabilité de l'appareil.

3.3.1.2.2.3.1.2 Acquisitions spectrales

La première mesure consiste à prendre un blanc, une mesure de référence qui va être répétée toutes les 30 acquisitions, au moment du changement d'échantillon. La mesure se déroule de la même façon que pour la checkcell, sur ce disque blanc.

Le premier échantillon de sol peut alors être scanné, en collant la lentille contre la surface plane de la coupe de sol, encore dans la gouge. Chaque échantillon est scanné trente fois, en déplaçant l'appareil sur toute la surface de la coupe, comme le montre la Figure 12.



Figure 12 : Acquisitions spectrales d'un prélèvement de sol frais (Carotte SPECTRO).

Le prélèvement est divisé en 4 échantillons de 10 centimètres à partir de la surface. Chaque échantillon est alors scanné suivant un quadrillage à 6 colonnes et 5 lignes, permettant ainsi de réaliser 30 acquisitions d'un même échantillon (Figure 13). Entre chaque échantillon, la lentille est nettoyée si des mottes de terre humide y sont restées collées. Elle est systématiquement nettoyée à l'éthanol après les 30 acquisitions spectrales, au moment du changement d'échantillon, et avant de reprendre le blanc.

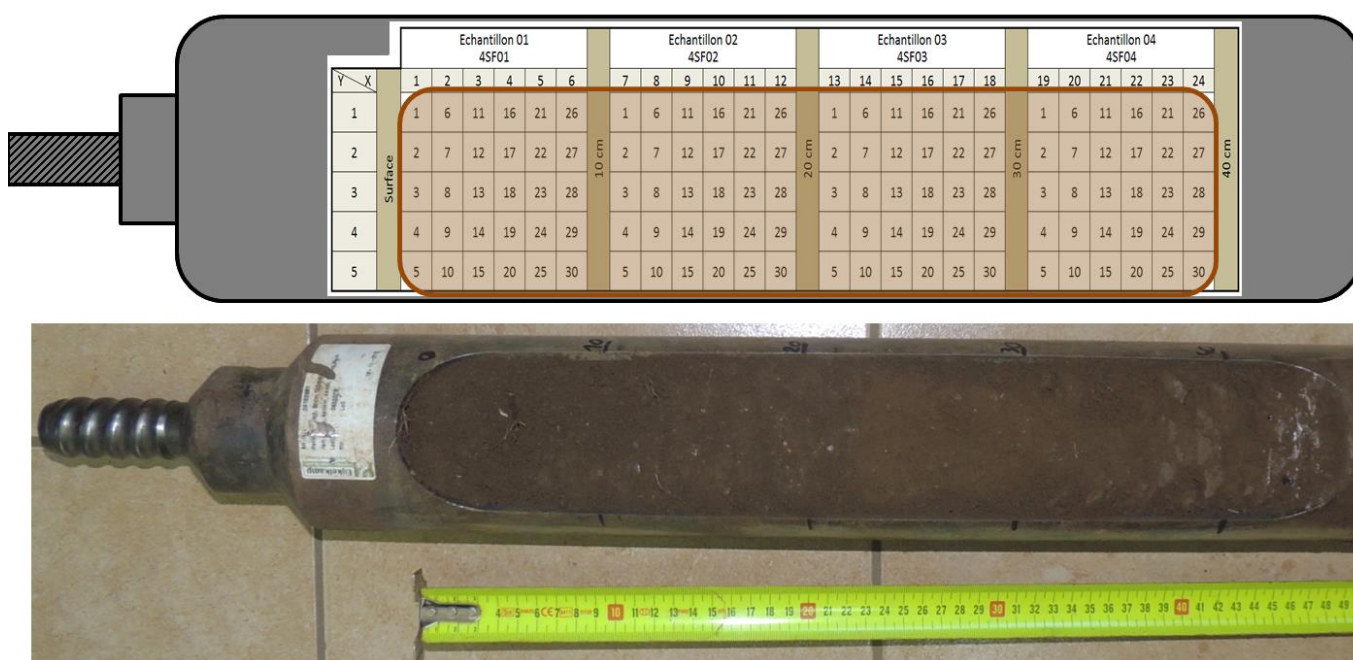


Figure 13 : Répartition des trente acquisitions spectrales de sol frais dans la carotte.

3.3.1.2.3.2 Acquisitions spectrales de prélèvements de sol REMANIE

3.3.1.2.3.2.1 Préparation de l'échantillon

Après les acquisitions spectrales en frais directement sur la carotte, les échantillons de 10 cm sont prélevés au couteau. Chaque échantillon est mis dans une grande barquette en aluminium, où il est émietté à la main, afin d'obtenir grossièrement des mottes inférieures à 1 cm de diamètre. Les éléments grossiers les plus imposants (blocs, graviers, racines) sont extraits de l'échantillon et non conservés. L'échantillon est alors réparti uniformément dans la barquette, sur une épaisseur d'environ 2 cm, afin de recouvrir entièrement le fond de la barquette en aluminium.

Après avoir réalisé une première acquisition sur un blanc, 30 acquisitions spectrales sont effectuées sur l'échantillon émietté dans la barquette. La lentille se pose sur les mottes humides qui vont en épouser la forme, évitant ainsi les creux et les vides au contact de la lentille lors du scan. Dans une même barquette, les 30 acquisitions sont réalisées suivant un quadrillage, représenté dans la Figure 14. Une fois toutes les mesures effectuées, la lentille du NIRS est nettoyée à l'éthanol, un nouveau blanc est scanné, et les acquisitions sur l'échantillon suivant peuvent être réalisées.

Lorsque les acquisitions spectrales effectuées sur tous les échantillons remaniés, ceux-ci sont laissés à l'air libre dans leur barquette pendant 24 heures.



Figure 14 : Répartition des trente acquisitions spectrales d'une barquette de sol remanié.

3.3.1.2.2.3.3 Vérification de la présence d'allophane dans les prélèvements : Test NaF

3.3.1.2.2.3.3.1 A propos du Test NaF

En 1960, Egawa découvre la propriété des allophanes à développer, avec le fluorure de sodium, une réaction alcaline (pH 9.5 à 11). En partant de là, Fieldes & Perrot élaborent en 1966 un test applicable sur le terrain ou en laboratoire, afin de vérifier la présence d'allophanes dans des échantillons de sol. L'alcalinité provoquée par la réaction entre les allophanes et le NaF peut être détectée sur le terrain par la coloration violette de la phénol-phtaline, ou en laboratoire avec un pH-mètre. Ce test est basé sur le fait qu'en présence du fluorure de sodium (NaF), les allophanes libèrent des ions OH⁻, ce qui entraîne l'augmentation du pH et la formation simultanée de fluoro-aluminates (Quantin, 1972).

En 1969, Brydon & Day remettent en question ce test, en affirmant que les sols qui contiennent des carbonates (sols calcaires), des hydroxydes d'alumine non cristallisés (B2 des podzols), ou encore de la gibbsite finement broyée, réagissent également à ce test. De plus, la présence abondante de matière organique très acide, dans les sols de montagne, peut masquer la réaction du fluorure de sodium avec les substances amorphes (allophanes ou alumine non cristallisée). Quantin conclut cependant en 1972 que malgré ces réserves, le test de Fieldes & Perrot est le plus souvent confirmé par les analyses en laboratoire, et que les services qu'il peut rendre sur le terrain sont appréciables.

3.3.1.2.2.3.3.2 Matériel

Le matériel nécessaire à la réalisation du test NaF est présenté ci-dessous et dans le Figure 15.

- Phénol-phtaléine à 1% (90% d'éthanol)
- Fluorure de Sodium (NaF)
- Lentille en verre
- Gants de laboratoire
- Papiers filtres



Figure 15 : Matériel nécessaire à la réalisation du test NaF.

3.3.1.2.2.3.3.3 Méthodologie

A partir d'une motte prélevée au hasard d'un échantillon SPECTRO-Remanié, un test NAF est réalisé. Pour cela, la première étape consiste à imbiber de phénol-phtaléine un papier filtre plié en 8. Le papier est alors déplié et placé sur la lentille en verre. Une petite quantité de sol (environ une cuillère à café) est déposée au centre du filtre imbibé, puis quelques gouttes de NaF y sont déposées.

Entre quelques secondes et 2 minutes, la libération des OH^- se manifeste par un changement de couleur de la de couleur de la phénol-phtaléine, le papier filtre devient violet (

Tableau 4, Figure 16).



Figure 16 : Test NaF sur un échantillon du Prélèvement n°6 (23/03/2016, Andosol non-perhydraté, Saint-Benoît).

Couleur observée	Apparition de la couleur après		
	20 secondes	1 minute	2 minutes
Rose foncé (violet)	9	8	7
Rose	6	5	4
Rose clair	3	2	1
Incolore	0		

Tableau 4 : Richesse en allophanes en fonction du temps et de l'intensité de coloration du papier filtre (BAH, 2002).

Dans le cadre de ce travail, le choix a été fait de ne pas qualifier la couleur obtenue au bout d'un temps donné (bout d'un temps donné (

Tableau 4). Les résultats au test NaF sont donc, ici, soit positifs soit négatifs, afin d'estimer la présence ou l'absence d'allophanes (Tableau 3).

3.3.1.3 Laboratoire, jour J+1

3.3.1.3.1 CAROTTE SPECTRO

Les échantillons remaniés, qui ont séché 24 heures à l'air libre, sont tamisés à 2 millimètres. La quantité de sol tamisé à 2 millimètre doit permettre de remplir environ 4 pots destinés à la conservation d'échantillons de sol, ce qui représente en tout environ 600 millilitres. Il n'est donc pas nécessaire de tamiser et conserver l'intégralité de ces échantillons. Après tamisage, ils sont mis à l'étuve (en barquettes) à 40°C pendant 24h.

3.3.1.4 Laboratoire, jour J+2

3.3.1.4.1 CAROTTE DENSITE

Après avoir séché à l'air libre pendant 48 heures, les échantillons émiettés en barquettes sont intégralement tamisés à 2 millimètres. Les éléments grossiers sont conservés dans des petites barquettes de 6 grammes et pesés. L'échantillon de terre fine ainsi récupéré et les barquettes d'éléments grossiers sont alors passés à l'étuve à 105°C pendant au minimum 48 heures.

3.3.1.4.2 CYLINDRES

Tout comme les échantillons de la Carotte DENSITE, ceux prélevés aux cylindres sont tamisés entièrement et le refus est conservé en barquette pour chaque échantillon. Les barquettes de terre fine et d'éléments grossiers sont mises à l'étuve à 105°C pendant au moins 48h.

3.3.1.5 Laboratoire, J+3

3.3.1.5.1 CAROTTE SPECTRO

Après avoir séché pendant 24 heures à l'étuve à 40°C, deux pots d'environ 150 millilitres sont prélevés pour chaque échantillon. Les résidus de sol ne sont pas conservés. Les pots sont alors étiquetés, le premier est destiné aux analyses traditionnelles de carbone, tandis que le second, conservé à la pédothèque, sert aux analyses par SPIR pour l'état séché et tamisé.

3.3.1.5.1.1 Analyses traditionnelles de carbone

Les analyses traditionnelles de carbone sont réalisées au laboratoire du CIRAD de Saint-Denis de la Réunion. Les résultats des teneurs en carbone organique, qui servent de référence à cette étude, sont obtenus selon la méthode d'analyse des gaz émis par la combustion du sol dans un flux d'oxygène. Les échantillons traités sont de 500 mg, pour une température de combustion de 890°C.

3.3.1.5.1.2 Acquisitions spectrales de prélèvements de sol SEC-TAMISE

Le contenu du pot est versé dans une petite barquette en aluminium (de 6 grammes) et mélangé à la cuillère. Trois acquisitions spectrales sont effectuées, en appliquant la lentille du spectromètre proche infrarouge ASD sur l'échantillon.

3.3.2 Protocole final

Le protocole final consiste à réaliser toutes les mesures nécessaires à partir d'une seule carotte. De la même façon que pour la section précédente, cette méthodologie est présentée dans cette partie suivant un calendrier journalier des tâches à réaliser.

3.3.2.1 Jour J

Une unique carotte est prélevée grâce à la gouge de 40 cm, suivant la même méthodologie que pour la « CAROTTE SPECTRO » du protocole initial. Cette carotte est emballée dans un sac plastique directement après son prélèvement, et ramenée au laboratoire.

Arrivée au laboratoire, la carotte est déballée et selon l'état du sol prélevé au niveau de la fenêtre de la gouge, elle sera ou non arasée. En effet, l'objectif est de déterminer la densité apparente du prélèvement, donc il est primordial de connaître son volume exact. Si le prélèvement a parfaitement la forme de la gouge au niveau de la fenêtre ouverte, avec une surface lisse et de forme cylindrique, le volume du prélèvement correspond au volume de l'intérieur de la gouge. Par ailleurs, si des éléments grossiers ont perturbé la structure du sol prélevé au moment de l'extraction de la carotte, cas le plus fréquent, alors la carotte est minutieusement arasée au niveau de la fenêtre de la gouge.

La carotte de sol est alors divisée (délimitations au marqueur sur la gouge) en quatre échantillons d'une longueur de 10 centimètres, afin de traiter le prélèvement sur une profondeur de 40 centimètres.

La surface de sol dans la carotte est ensuite scannée par le spectromètre ASD proche infrarouge, suivant une ligne au centre de la carotte, ligne constituée de 20 acquisitions spectrales soit 5 acquisitions par échantillon (Figure 17).



Figure 17 : Acquisitions spectrales de sol frais, protocole final.

Après ces acquisitions, les échantillons sont séparés au couteau puis minutieusement extraits de la gouge. Ils sont déposés dans des barquettes de 20 grammes en aluminium, pesés puis émiettés en mottes d'un centimètre de diamètre maximum. Cinq acquisitions spectrales du sol remanié sont alors effectuées par échantillon (Figure 18).



Figure 18 : Acquisitions spectrales de sol remanié, protocole final.

Chaque échantillon est alors tamisé à 2 mm, jusqu'à ce que la quantité de terre fine obtenue remplisse environ quatre pots (environ 600 mL en tout). La terre fine est mise en barquette et laissée à l'étuve pendant 24 h. Le reste de l'échantillon, non tamisé, est alors tamisé à l'eau afin de récupérer tous les éléments grossiers de l'échantillon. Ce refus est ensuite mis à l'étuve à 105°C pendant 48 heures.

3.3.2.2 Jour J+1

La terre fine obtenue après tamisage à sec est sortie de l'étuve, chaque échantillon est mélangé à la cuillère. Après cette homogénéisation, trois acquisitions spectrales sont effectuées par échantillon grâce au spectromètre ASD proche infrarouge, pour l'état de sol séché et tamisé. Après ces scans, les échantillons sont versés dans deux pots étiquetés d'environ 150 mL. Un pot est conservé à la pédothèque, l'autre est envoyé au laboratoire pour y réaliser les analyses traditionnelles de teneur en carbone.

3.3.2.3 Jour J+2

Le refus mis à l'étuve à 105°C est pesé, ce qui permet de calculer la densité apparente de chaque échantillon (voir annexe, fiche calculs).

3.4 Traitement des données

Les données spectrales sont importées dans le logiciel Unscrambler 10.3.

Les répétitions de spectres acquises pour un même échantillon sont moyennées, après suppression des quelques spectres aberrants, afin d'attribuer un spectre à un échantillon (de 10 centimètres de profondeur).

Une matrice principale est réalisée, contenant toute les données spectrales par échantillon avec leurs données qualitatives (Prélèvement, Profondeur, Etat, Type de sol) et leurs données mesurées (Humidité pondérale de la terre fine, Densité Apparente, Teneur en Carbone, Stock de Carbone). Cette matrice contient 297 échantillons, soit 99 Frais, 99 Remaniés et 99 Tamisés.

La gamme spectrale retenue afin de travailler en Proche-Infrarouge est comprise entre les longueurs d'ondes 1020 nm et 1780 nm, puis entre 1850 nm à 2350 nm (le segment 1780-1850 est supprimé, à cause du ressaut observé sur les données spectrales, dont l'origine provient de l'ASD).

Les spectres sont alors traités suivant différents modèles, les caractéristiques des deux modèles retenus (qui présentent donc des résultats jugés satisfaisants) sont décrites dans le Tableau 5. Une division de la matrice principale par Etat est réalisée, afin d'obtenir une matrice des échantillons « Frais », une matrice des échantillons « Remaniés » et une matrice des échantillons « Tamisés ». La distinction par états des données sert à la réalisation des modèles de prédiction par validation croisée.

Traitement	SNV (centré-normé)	Dérivée (Gap)	Lissage (Moving Average)
T1	oui	1 ^{ère} Dérivée (Gap 11)	Segment 13
T2	oui	2 ^{ème} Dérivée (Gap 11)	Segment 13

Tableau 5 : Modèles appliqués aux différentes prédictions SPIR.

4 Résultats

4.1 Résultats laboratoire

Ces données résultent des comparaisons méthodologiques du protocole initial.

4.1.1 Calcul du taux d'humidité sur des aliquotes

Le tamisage de la totalité des échantillons est une étape nécessaire à la détermination de la quantité d'éléments grossiers présents dans l'échantillon. Cette donnée est indispensable dans la détermination des stocks de carbone, puisque dans sa formule, la densité apparente utilisée est celle de la terre fine uniquement (masse terre fine sèche/volume), donc après avoir séparé les trois compartiments constitutifs du sol : l'eau, les éléments grossiers (> 2 mm), la terre fine (< 2 mm).

Afin d'alléger le protocole, une comparaison est effectuée entre des taux d'humidité mesurés sur une aliquote et ceux mesurés sur les mêmes échantillons, mais dans leur intégralité. Ces taux d'humidité (aliquotes et échantillons) des prélèvements 6, 7 et 8 sont comparés ci-dessous (Figure 19).

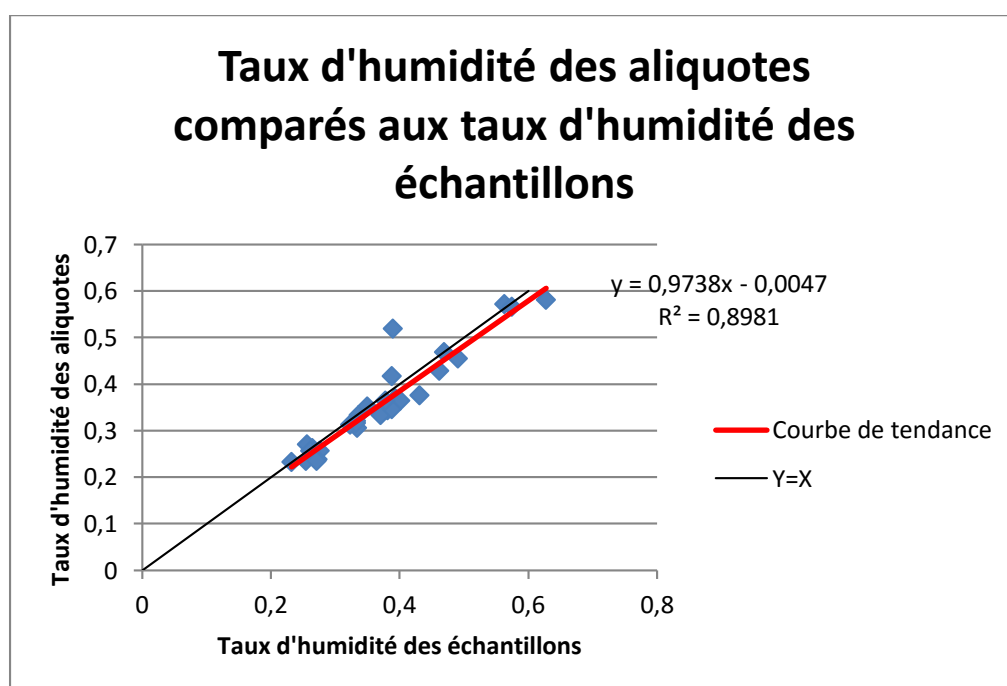


Figure 19 : Les taux d'humidité des aliquotes en fonction des taux d'humidité des échantillons (n=31).

L'équation de la droite de régression obtenue est $y = 0,9738x - 0,0047$, soit quasiment confondue à $y = x$. De plus, le coefficient de détermination R^2 est égal à 0,8981 soit proche de 1. La courbe montre un point légèrement à l'extérieur du nuage, qui correspond au cylindre c entre 0 et 10 centimètres de profondeur, du prélèvement 6. Cette valeur peut être due à une mauvaise homogénéisation de l'échantillon avant le prélèvement de l'aliquote, ou à une erreur au moment de la pesée. En considérant ce point comme un outlier, l'équation de la droite de régression passe à $y = 0,9636x - 0,0057$, pour un coefficient de détermination r^2 est égal à 0,9624 (Figure 20).

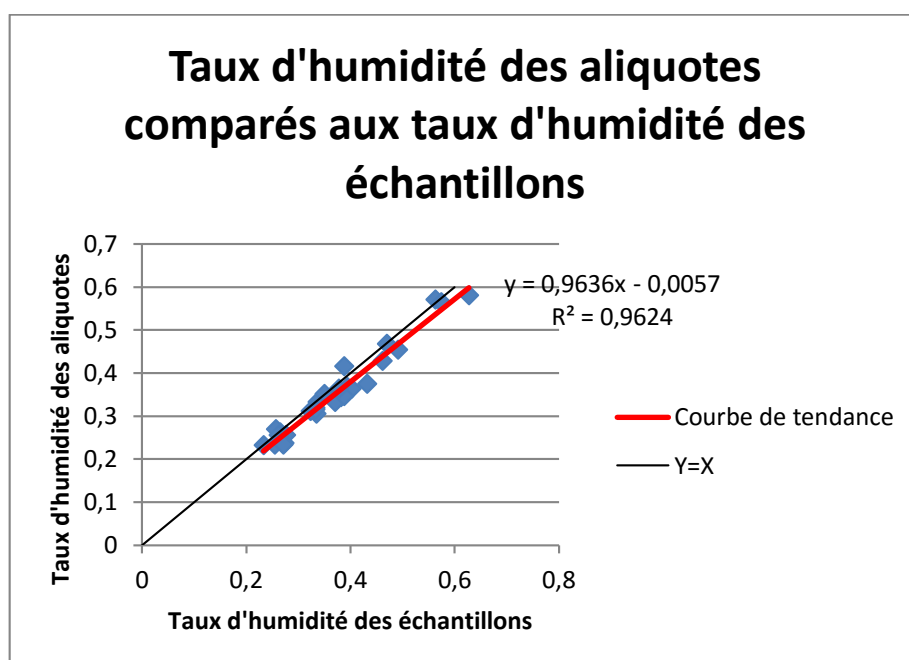


Figure 20 : Les taux d'humidité des aliquotes en fonction des taux d'humidité des échantillons (n=30).

4.1.2 Comparaison des densités apparentes mesurées par carottier/cylindre

La comparaison est effectuée entre la densité apparente des sols prélevés par cylindres et par carottier, sur 39 échantillons (prélèvements 3 à 12). L'équation de la droite de régression obtenue est $y = 0,7818x + 0,2701$, avec un r^2 de 0,8178. Cette comparaison a pour objectif de déterminer si la densité apparente mesurée sur des sols prélevés aux carottier est égale à celle des sols prélevés aux cylindres, ces derniers constituant la méthode de référence. Ces résultats montrent une légère différence entre les deux méthodes, avec une moyenne des densités apparentes au carottier (1,024) légèrement supérieure à la moyenne aux cylindres (0,965). La droite de régression a une équation $y = 0.78x + 0.27$, pour un R^2 de 0.82 (Figure 21).

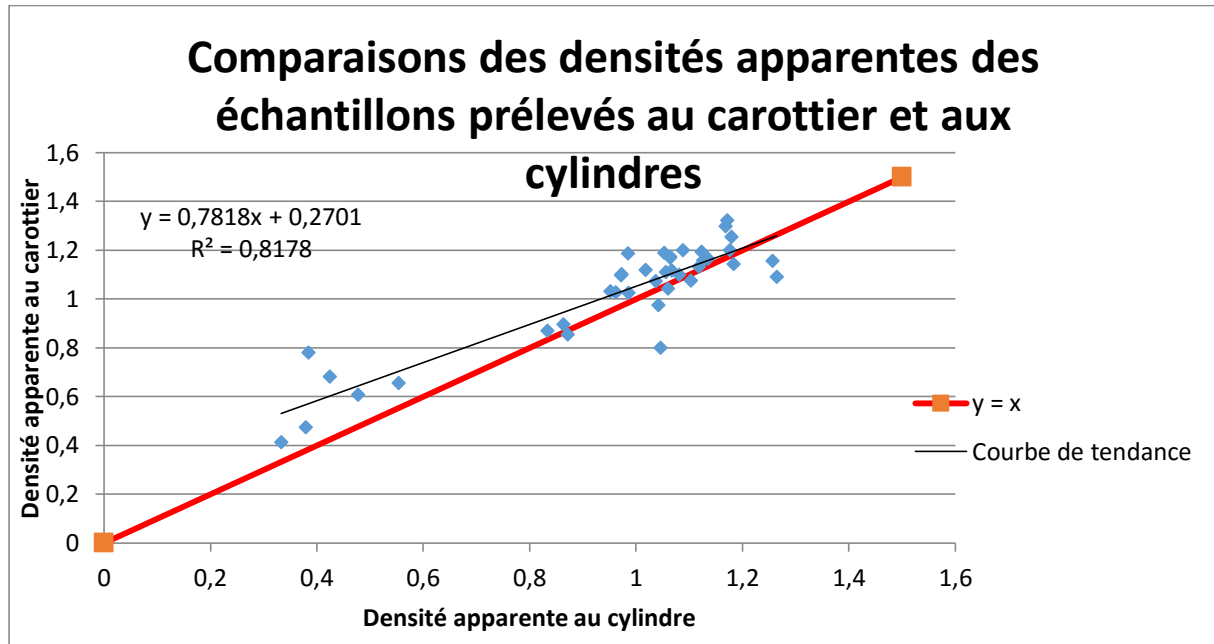


Figure 21 : Les densités apparentes des échantillons prélevés au carottier en fonction des densités apparentes des échantillons prélevés aux cylindres.

4.2 Resultats SPIR

4.2.1 Introduction des résultats SPIR

Les résultats des prédictions SPIR donc donnés suivant les valeurs ci-dessous :

- R^2 , soit le coefficient de détermination entre la variable dépendante et l'estimation de cette variable par le modèle, c'est-à-dire la part de la variabilité de la variable dépendante par le modèle. Genet *et al.* (2014) estiment qu'un R^2 inférieur à 0,7 traduit une mauvaise prédiction, un R^2 entre 0,7 et 0,9 reflète une prédiction moyenne qui doit être améliorée (ajout d'échantillons, modification de certains paramètres du modèle, suppression d'outliers, etc.), et qu'un R^2 supérieur à 0,9 suggère une bonne prédiction.
- RMSE, soit la racine carrée de la moyenne de la différence entre la valeur mesurée et la valeur prédite élevée au carré (3).

$$(3) \quad RMSE = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_{obs,i} - X_{model,i})^2}{n}}$$

- RPD, soit le rapport entre la déviation standard du lot de données d'étalonnage pour le paramètre considéré (mesure obtenue selon la méthode de référence) et la RMSE. Plus le RPD est élevé, plus la prédiction est précise. Un RPD supérieur à 2 reflète une bonne prédiction, entre 1,4 et 2 une prédiction moyenne, et un RPD inférieur à 1,4 traduit une mauvaise prédiction (Genet *et al.* 2014).

4.2.2 Le nombre de répétitions des acquisitions spectrales

L'analyse des 30 spectres acquis par échantillon montre une très faible variabilité des mesures. Il existe quelques spectres aberrants, ce sont souvent les premiers spectres acquis.

Afin d'illustrer la faible variabilité spectrale au sein d'un même échantillon, les 30 spectres bruts de chaque échantillon de la carotte 9a sont présentés ci-dessous (Figure 22) :

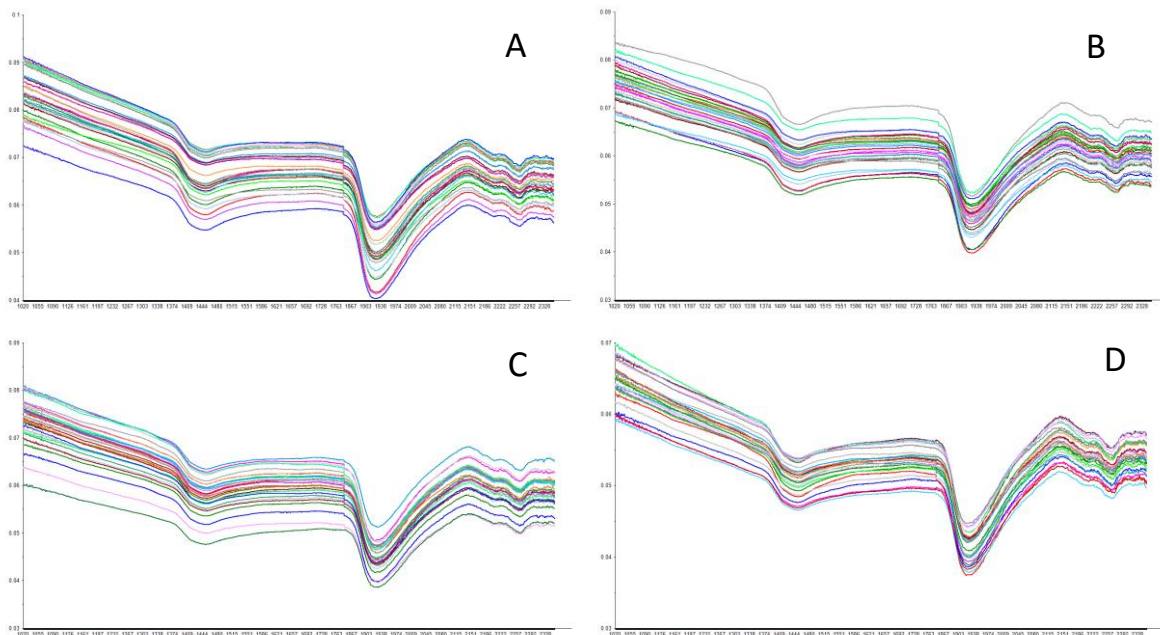


Figure 22 : Acquisitions spectrales brutes de la carotte 9a à l'état « Frais », 0 – 10 cm (A), 10 – 20 cm (B), 20 – 30 cm (C) et 30 – 40 cm (D).

La moyenne des 30 spectres de chaque échantillon est réalisée, les spectres moyens sont présentés dans la Figure 23.

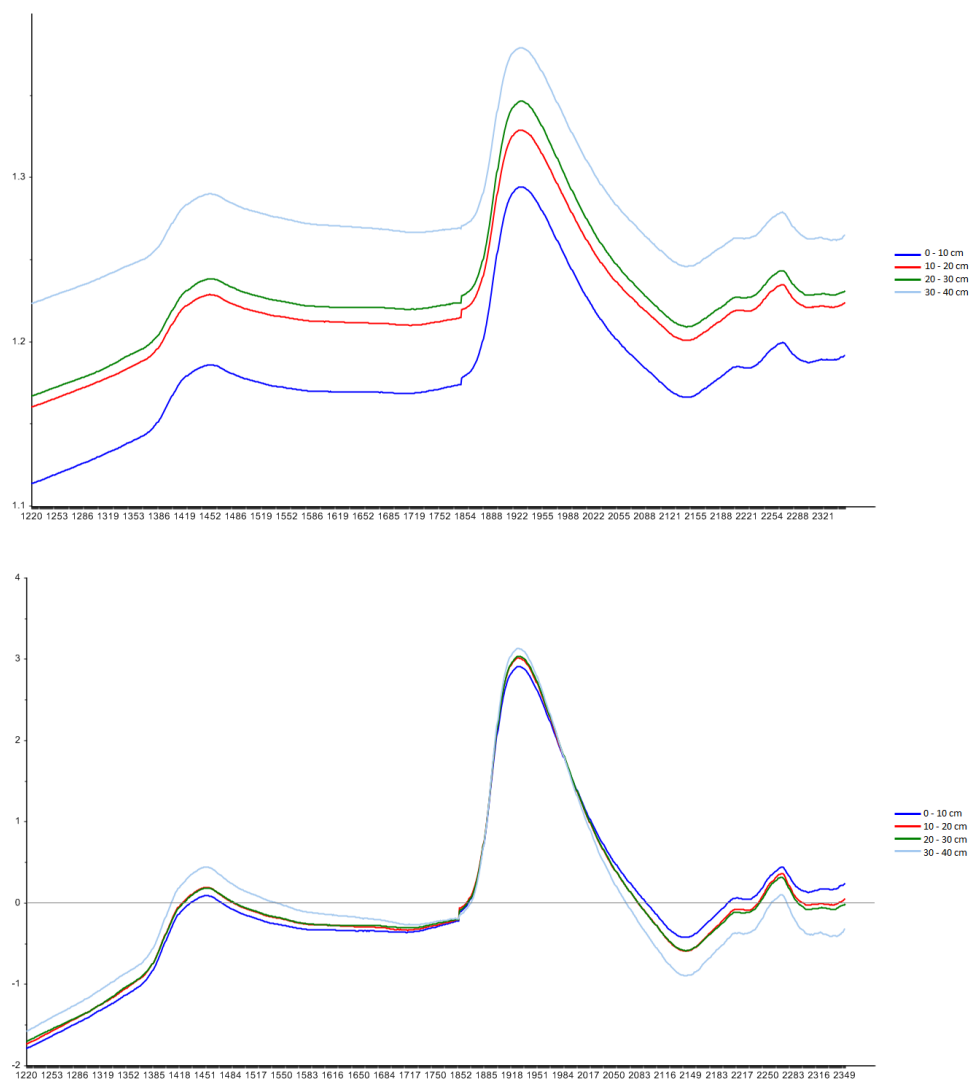


Figure 23 : Spectres moyens (en haut) et spectres moyens centrés normés (en bas) de la carotte 9a à l'état « Frais ».

4.2.3 Les états

Le modèle T0 est appliqué aux données spectrales de la matrice principale, puis une Analyse en Composantes Principales (selon 7 composantes) est réalisée.

Le résultat obtenu montre que la Première Composante Principale (PC1) explique 95 % de la distribution, tandis que les autres composantes l'influencent de manière insignifiante (2 % dès la PC2) (Figure 24 et Figure 25).

La répartition des scores montre deux populations : les échantillons « Frais » et « Remaniés » forment le premier nuage de points, distinct du second représenté par les échantillons Tamisés (Figure 24).

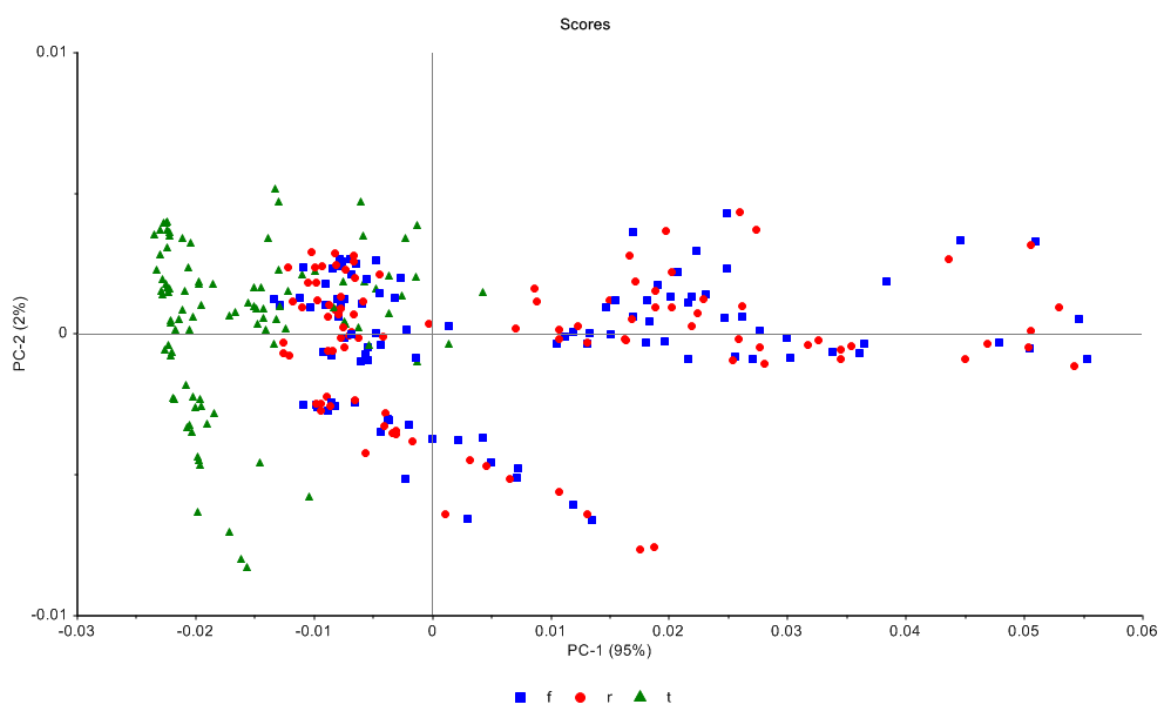


Figure 24 : Scores de l'analyse en composantes principales.

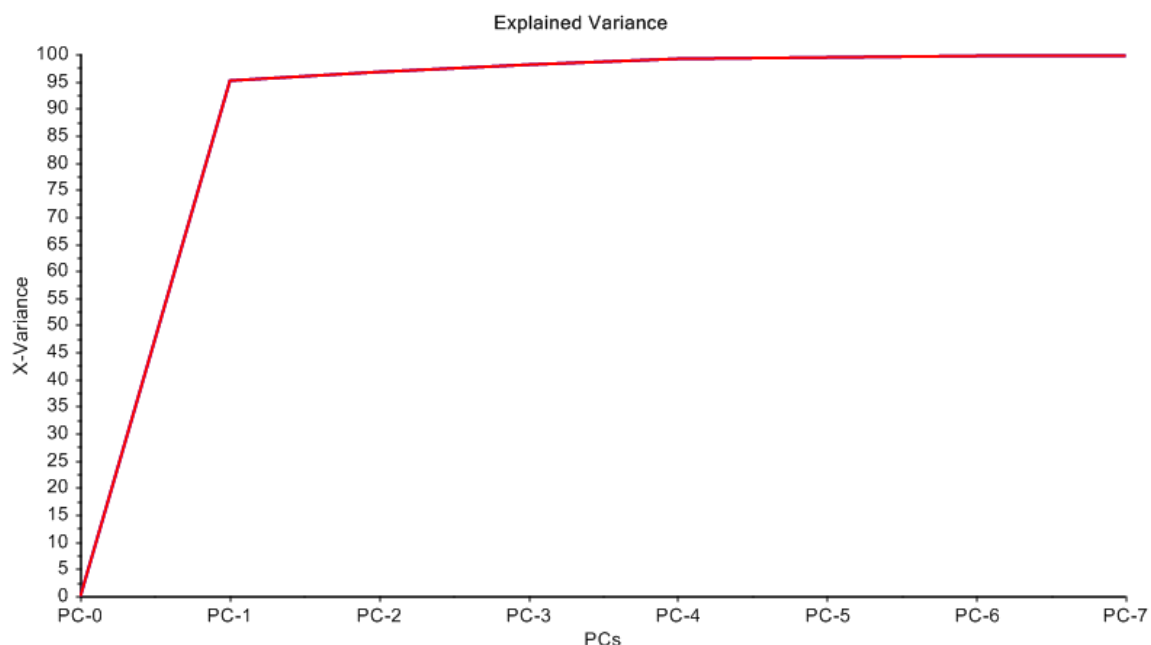


Figure 25 : Variance expliquée selon les composantes principales.

Une analyse discriminante (linéaire) est réalisée afin d'appuyer ces résultats ; la matrice de confusion obtenue montre que les échantillons « Tamisés » sont très bien prédits (97 sur 99), alors que les erreurs de prédictions entre les échantillons Frais et Remaniés sont éminentes (43 échantillons « Frais » sont bien classés pour 53 définis comme « Remaniés » ; 68 échantillons « Remaniés » sur 99 sont bien classés, pour 27 considérés comme « Frais » (Tableau 6).

Actuel \ Prédit			
	Frais	Remanié	Tamisé
Frais	43	27	1
Remanié	53	68	1
Tamisé	2	4	97

Tableau 6 : Matrice de confusion résultant de l'analyse discriminante linéaire effectuée sur les différents états des échantillons.

4.2.4 La teneur en carbone

Le modèle T0 appliqué à la prédiction des teneurs en carbone des échantillons « Frais » donnent de bons résultats : R^2 de 0,88, RMSE de 10,56, RPD de 2,82 (Figure 26).

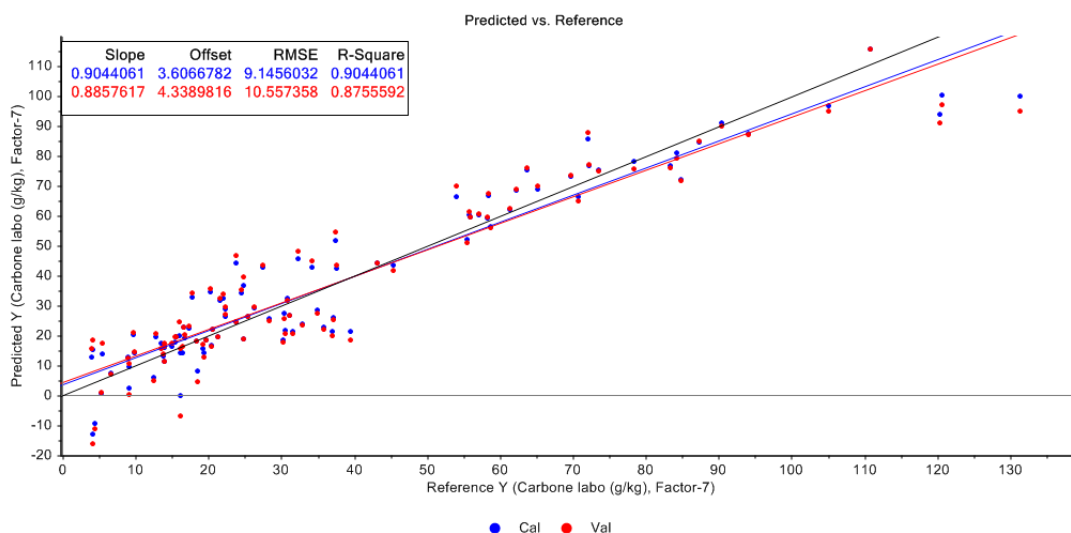


Figure 26 : Teneur en carbone prédite des échantillons frais en place en fonction des données mesurées (modèle T0).

Les teneurs en carbone encore mieux prédites lorsque les échantillons sont « Tamisés », puisque le R^2 obtenu (prédiction avec le même modèle T0) est de 0,88, la RMSE de 10,29 et le RPD de 2,89 (Figure 27).

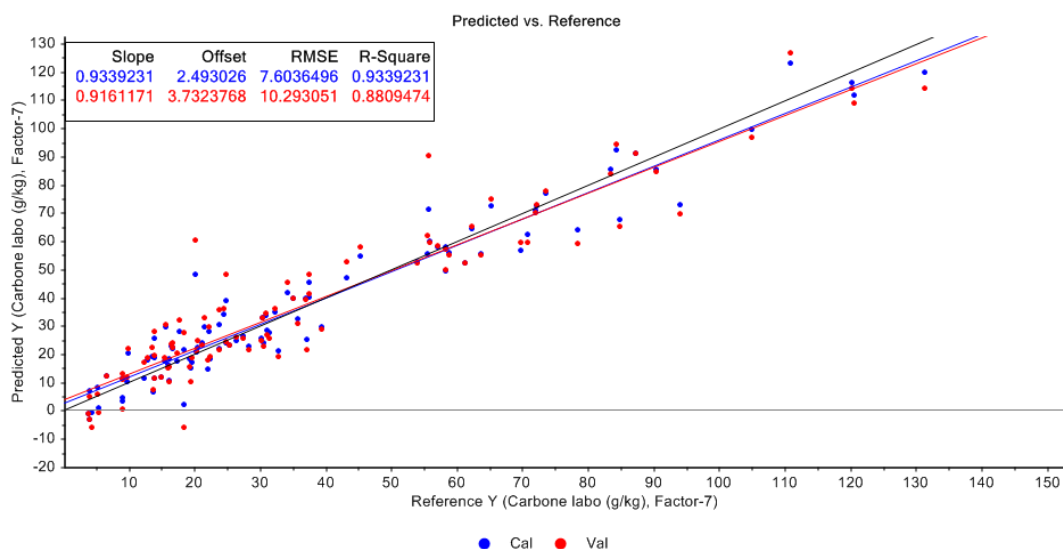


Figure 27 : Teneur en carbone prédite des échantillons tamisés en place en fonction des données mesurées (modèle T0).

4.2.5 La densité apparente

La prédiction de la densité apparente à partir des échantillons « Frais », soit en conditions *in situ*, donnent un R^2 de 0,82, une RMSE de 0,10 et un RPD de 2,34 (Figure 28).

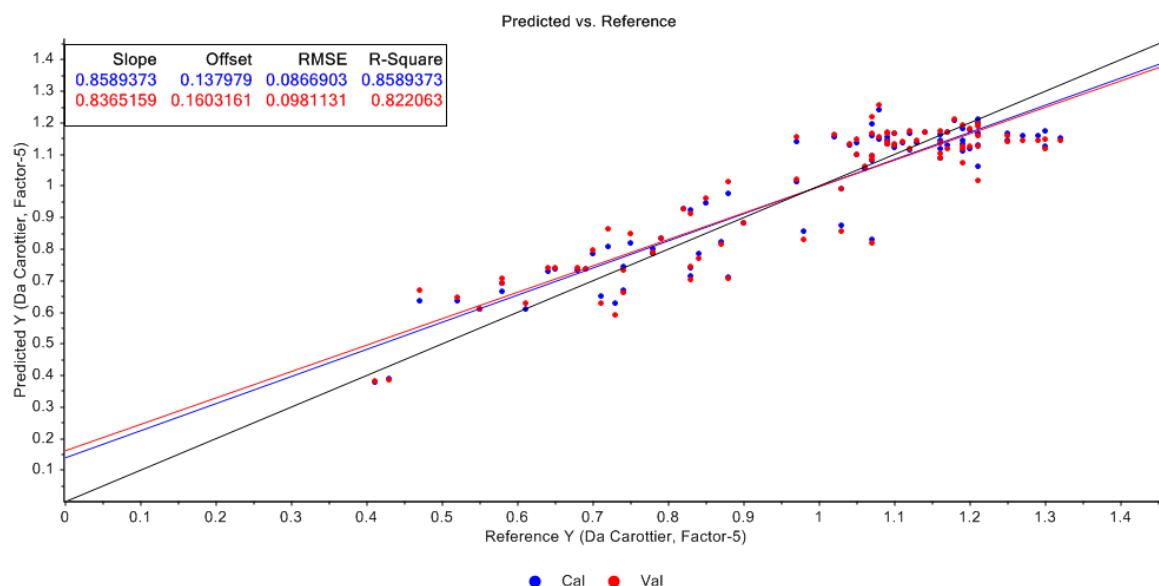


Figure 28 : Densité apparente prédite des échantillons frais en place en fonction des données mesurées (modèle T0).

Le modèle semble efficace pour les valeurs de densité inférieures à 1,1, puisque le nuage de points suit particulièrement bien la droite d'équation $y=x$. Par contre, pour les densités supérieures à 1,1, le modèle est inefficace, et semble avoir atteint un palier au-delà duquel les points se répartissent de manière horizontale, et ne suivent plus la droite d'équation $y=x$.

En effectuant une prédiction (uniquement sur les échantillons ayant une densité apparente inférieure à 1,1, les résultats sont légèrement moins bons, avec un R^2 de 0,78, une RMSE de 0,10 et un RPD de 2,08 (Figure 29).

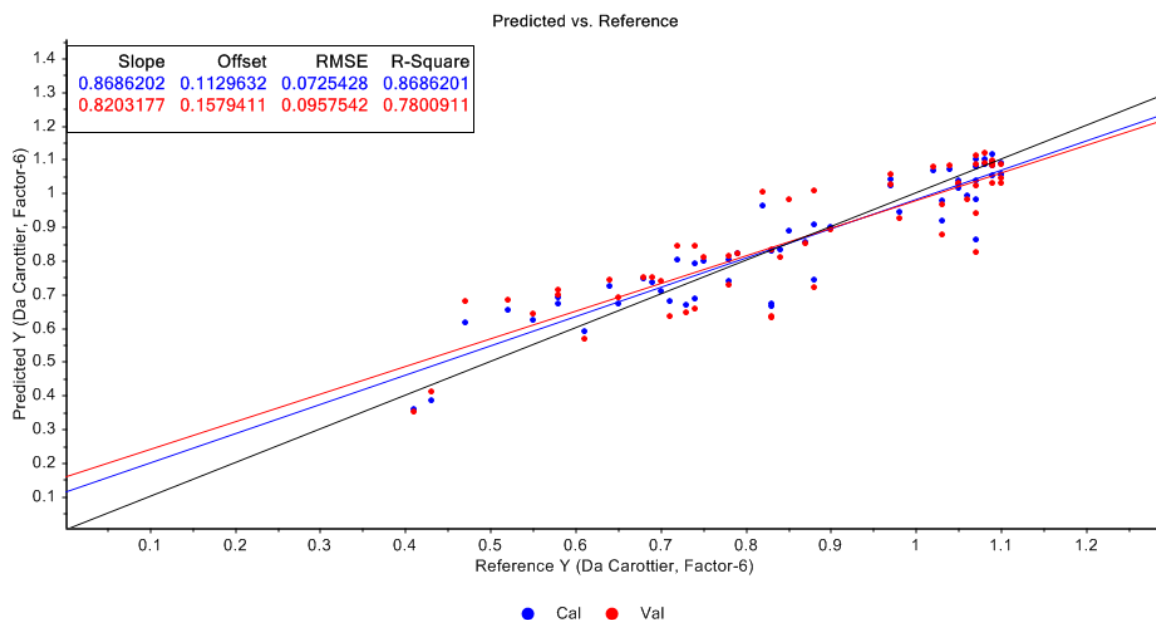


Figure 29 : Densité apparente inférieure à 1,1 prédite des échantillons frais en place en fonction des données mesurées (modèle T0).

Les mêmes traitements appliqués aux échantillons « Tamisés » donnent les résultats suivants : un R^2 de 0,83, une RMSE de 0,10 et un RPS de 2,39 pour l'ensemble des échantillons, et un R^2 de 0,76, une RMSE de 0,10 et un RPD de 2,08 pour les échantillons dont la densité apparente est inférieure à 1,1 (Figure 30 et Figure 31).

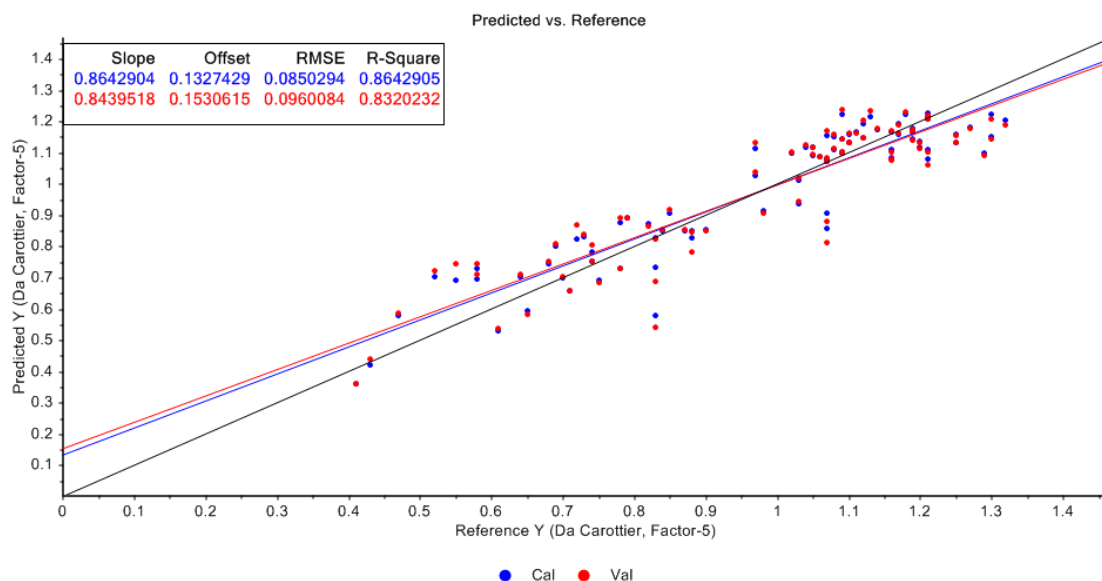


Figure 30 : Densité apparente prédite des échantillons frais en place en fonction des données mesurées (modèle T0).

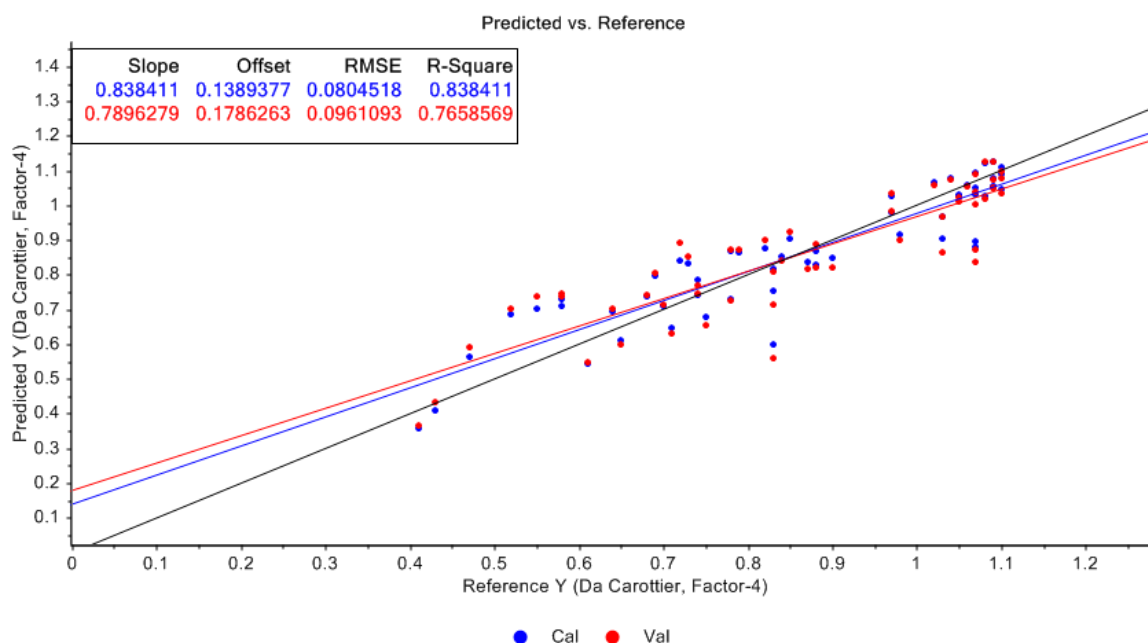


Figure 31 : Densité apparente inférieure à 1,1 prédite des échantillons frais en place en fonction des données mesurées (modèle T0).

4.2.6 Les stocks de carbone

L'objectif de ce travail étant le développement d'une méthode de détermination *in situ* des stocks de carbone, de plus nombreux tests sont effectués sur ces données, afin d'obtenir le modèle réalisant la meilleure prédiction de ces stocks. Ainsi, les modifications apportées portent sur la normalisation des données (centrées-normées ou non), les dérivées (première, seconde, troisième, quatrième), le lissage (avec ou sans), la suppression d'échantillons aberrants (outliers).

Les résultats présentés ici portent seulement sur les modèles T0 (toutes les autres données ayant été traitées avec ce modèle) et le modèle T1, puisque c'est celui qui donne les meilleurs résultats de prédiction du stockage de carbone, pour les sols analysés dans leur état « Frais ».

Avec le modèle T0, la prédiction du stock de carbone des échantillons frais a un R^2 de 0.72, une RMSE de 10.39 et un RPD de 1.87. Ces résultats sont faibles et démontrent l'insuffisance de ce modèle dans la prédiction des stocks de carbone (Figure 32).

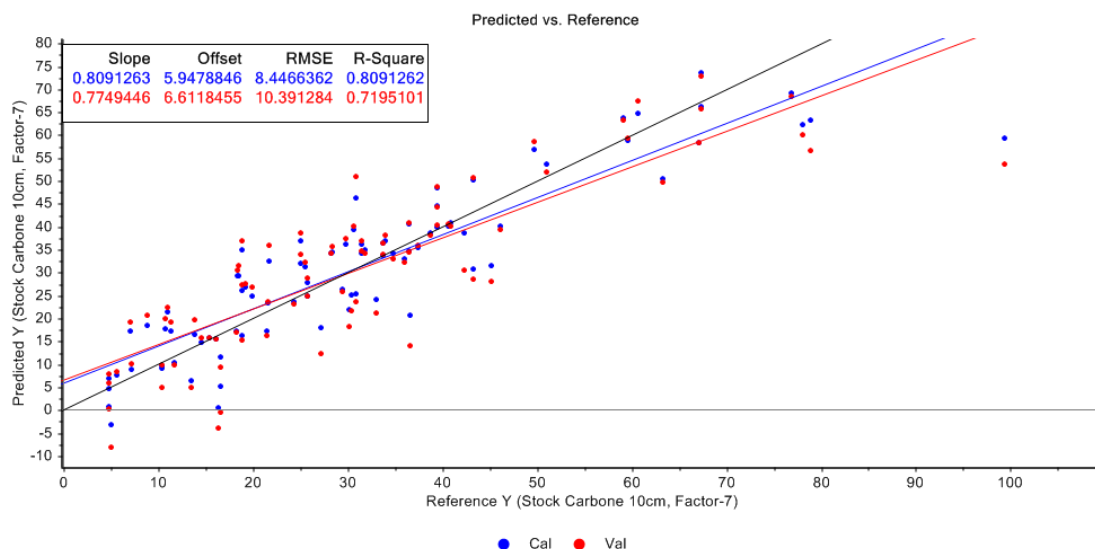


Figure 32 : Stock de carbone prédit des échantillons frais en place en fonction des données mesurées (modèle T0).

Le modèle T1 est celui qui se montre le plus robuste dans la prédiction des stocks de carbone des sols « Frais ». Le R^2 obtenu est de 0.75, la RMSE de 9.86 et le RPD de 1,97. Ces données restent cependant insuffisantes, il convient donc de retravailler la population afin d'affiner ce modèle (Figure 33).

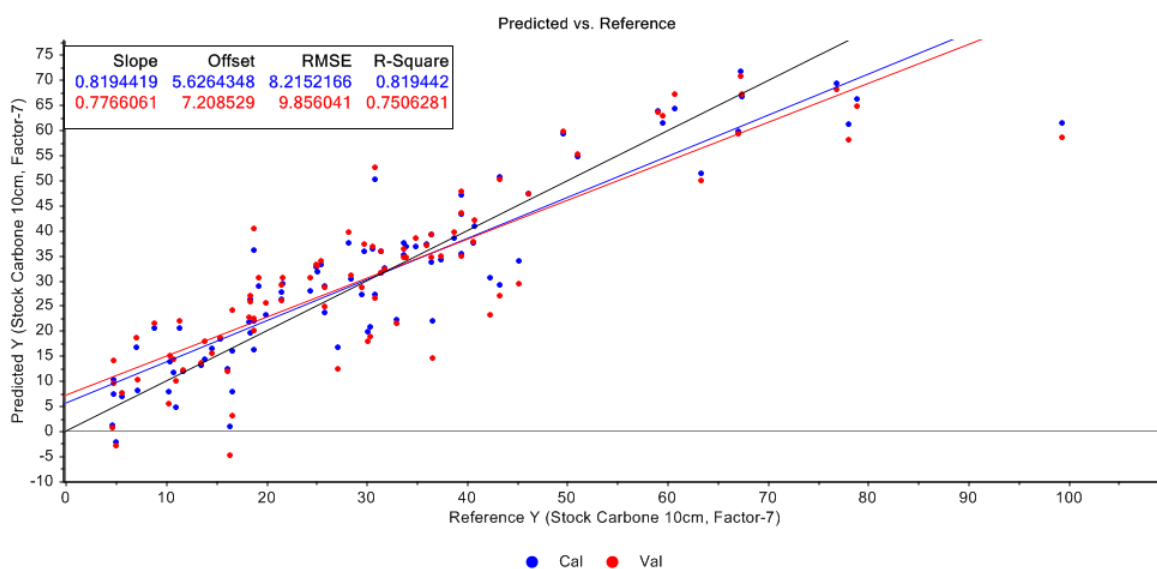


Figure 33 : Stock de carbone prédit des échantillons frais en place en fonction des données mesurées (modèle T1).

Ainsi, en supprimant 4 échantillons relativement aberrants, la prédiction obtient un R^2 de 0.80, une RMSE de 8.09 pour un RPD de 2,38 (Figure 34).

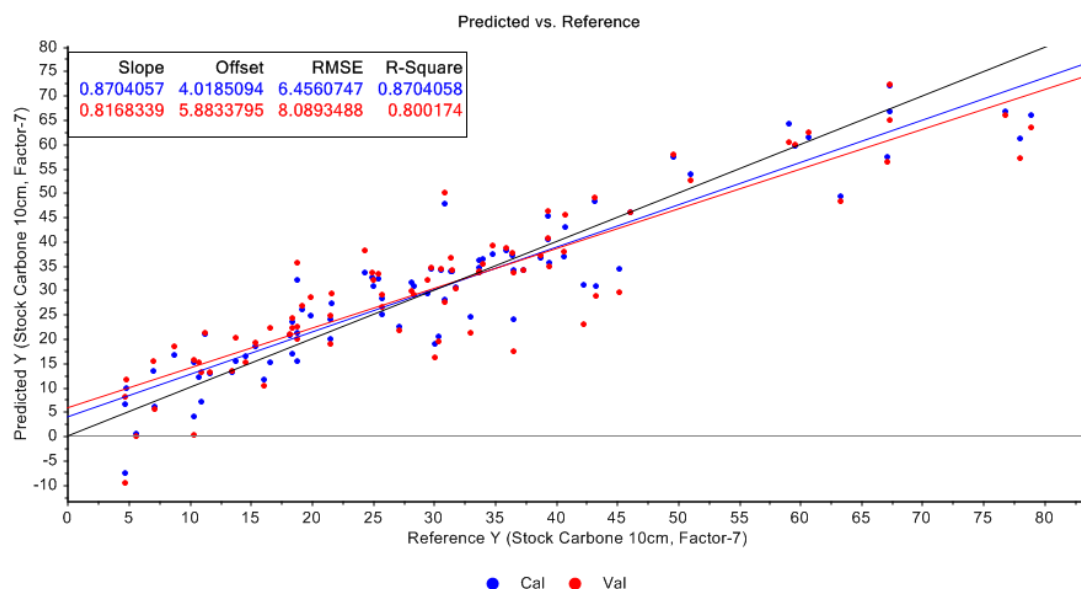


Figure 34 : Stock de carbone prédit des échantillons frais en place en fonction des données mesurées, après suppression de 4 échantillons (modèle T1).

Une comparaison est réalisée à partir des échantillons « Tamisés ». En leur appliquant le modèle T0, le R^2 est de 0,62, la RMSE de 12.0 et le RPS de 1,63 (Figure 35). Le modèle T1 améliore la prédiction, qui obtient un R^2 de 0,67, une RMSE de 11,45 et un RPD de 1,70 (Figure 36). En supprimant 4 outliers, ces valeurs grimpent à 0,84 pour le R^2 , 7,08 pour la RMSE et un RPD de 2,48 (Figure 37).

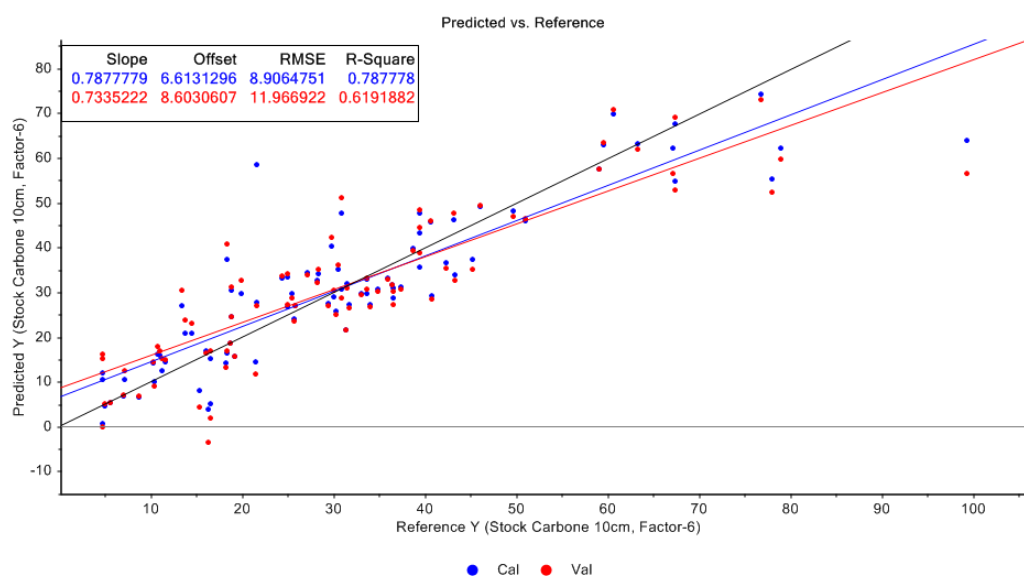


Figure 35 : Stock de carbone prédit des échantillons tamisés en place en fonction des données mesurées (modèle T0).

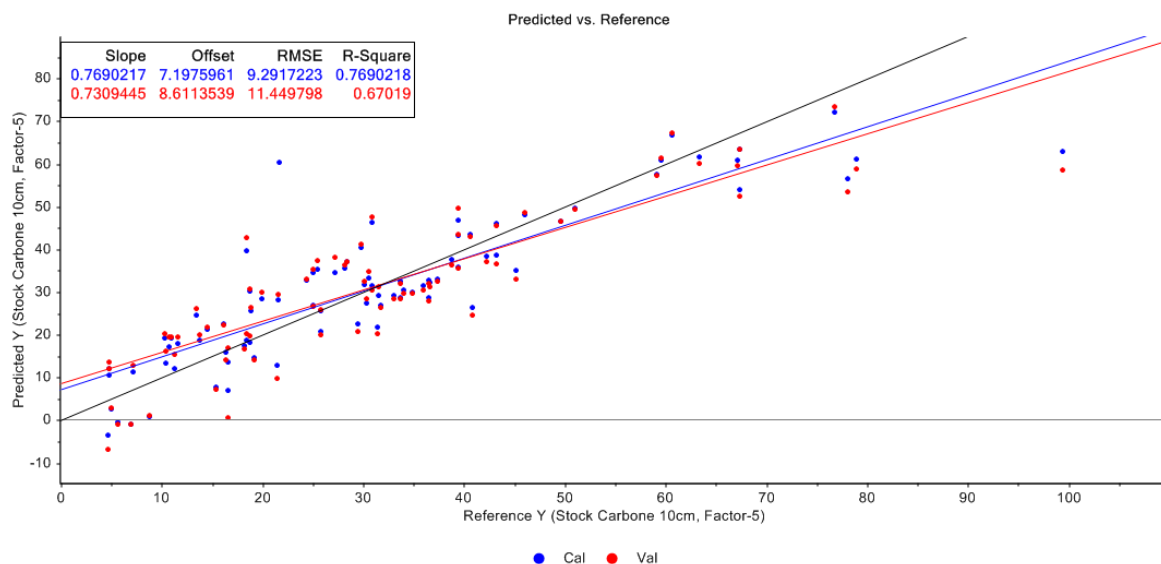


Figure 36 : Stock de carbone prédit des échantillons tamisés en place en fonction des données mesurées (modèle T1).

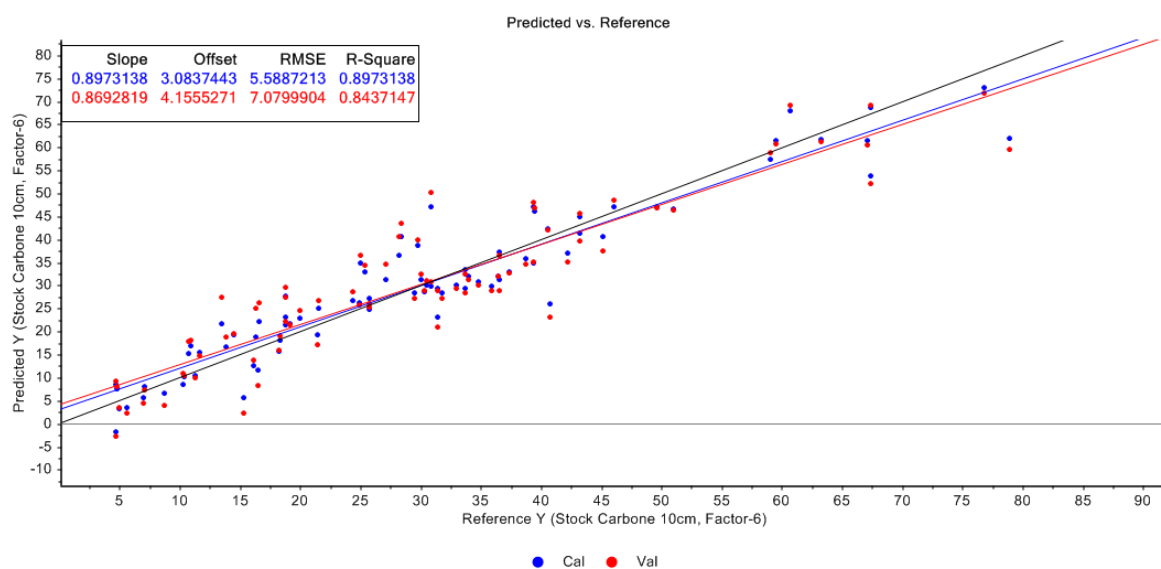


Figure 37 : Stock de carbone prédit des échantillons tamisés en place en fonction des données mesurées, après suppression de 4 échantillons (modèle T1).

En se basant sur les valeurs de R^2 de chaque prédiction réalisée suivant le modèle T0, pour toutes les variables et avant suppression d'outliers, les meilleurs prédictions sont effectuées sur les variables ci-dessous (en ordre décroissant) (Figure 38):

- Teneur en carbone des échantillons « Tamisés »
- Teneur en carbone des échantillons « Frais »
- Densité apparente des échantillons « Tamisés », de densité apparente inférieure à 1,1
- Densité apparente des échantillons « Frais »
- Humidité pondérale de la terre fine des échantillons « Frais »
- Densité apparente des échantillons « Frais », de densité apparente inférieure à 1,1
- Densité apparente des échantillons « Tamisés »
- Stock de carbone des échantillons « Frais »
- Stock de carbone des échantillons « Tamisés »

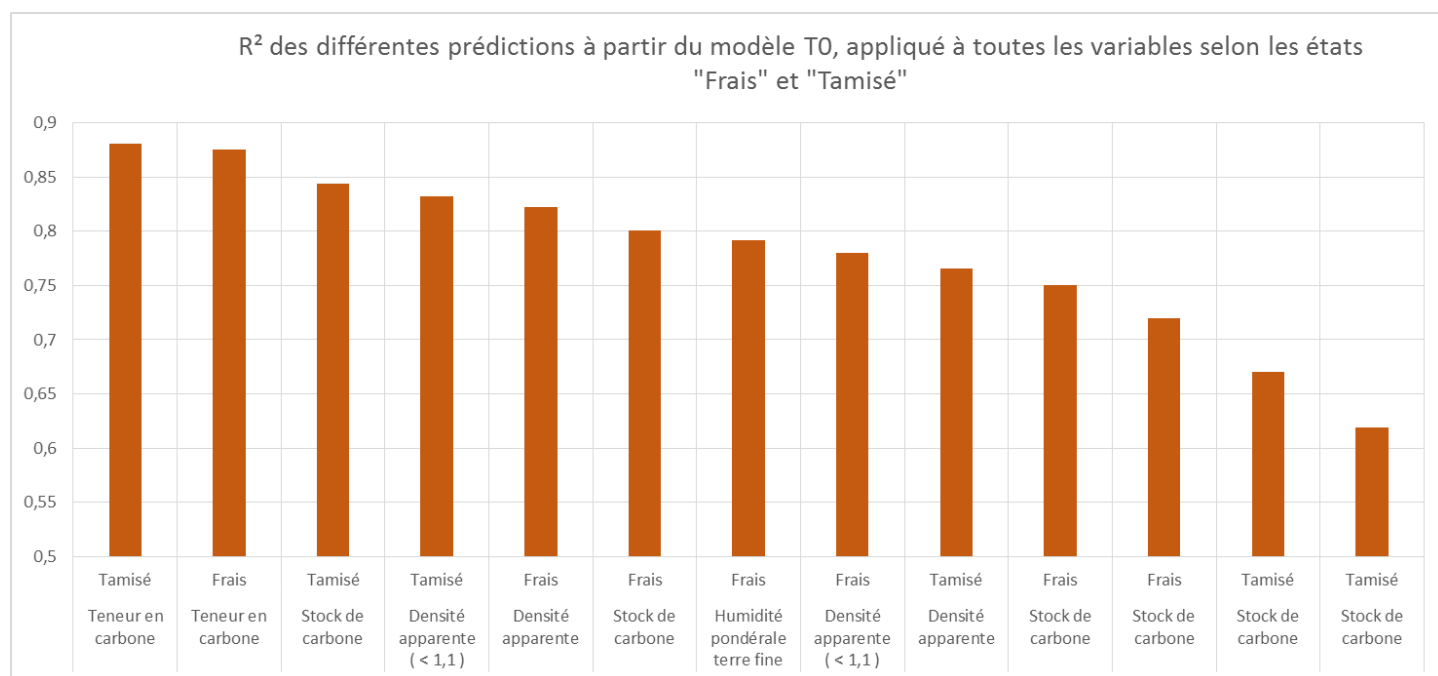


Figure 38 : Classification des variables selon leur résultat de prédiction (R^2) à travers le modèle T0.

5 Discussion

5.1 Evolution du protocole

5.1.1 Détermination du taux d'humidité à partir des aliquotes

Pour les deux cas étudiés (avec et sans l'outlier), la corrélation entre le taux d'humidité des aliquotes et des échantillons est suffisamment bonne pour considérer que le taux d'humidité de l'aliquote est représentatif du taux d'humidité des échantillons. Grâce à ces résultats, le tamisage conventionnel de tous les échantillons devient accessoire, la terre fine de l'échantillon n'a plus besoin d'être récupérée, séchée puis pesée. Les prélèvements réalisés après cette étude (prélèvements 9, 10, 11 et 12) ne sont, dès lors, plus tamisés de manière conventionnelle : une aliquote est prélevée systématiquement pour chaque échantillon, son taux d'humidité est attribué à la totalité de l'échantillon, puis ces derniers sont tamisés intégralement à l'eau afin de ne récupérer que les éléments grossiers qui les constituent. Ainsi, le compartiment « éléments grossiers » est déterminé par la mesure (récupération et pesée), le compartiment « eau » est déterminé en rapportant le taux d'humidité de l'aliquote à la totalité de l'échantillon, et le compartiment « terre fine » est calculée en soustrayant la masse des deux compartiments à la masse de l'échantillon frais.

5.1.2 Confrontation des méthodes Carottier / Cylindres dans la mesure des densités apparentes

Les résultats de l'évolution de la densité apparente mesurée au carottier en fonction de celle mesurée à partir des cylindres ($R^2 = 0.82$) sont satisfaisants de manière générale, mais doivent être abordée avec précautions puisqu'ils concernent des densités apparentes, dont les valeurs ont une faible variabilité (par exemple, entre 0,33 et 1,32 pour les données présentés ci-dessus, tous types de sols confondus). Il serait intéressant d'étudier un plus grand nombre d'échantillons aux caractéristiques différentes, afin de voir comment des variables comme le type de sol, la pente, le type de culture ou encore l'âge de la culture, impactent la comparaison des densités apparentes selon les méthodes carottier / cylindres.

Cette différence peut être due à un tassement du carottier, qui est cependant difficile à imaginer puisque l'extrémité de la gouge est parfaitement biseautée. De plus, la gouge utilisée pour réaliser les mesures de densités dispose d'une fenêtre fermée, empêchant tout

frottement entre la paroi et le sol prélevé, au moment de l'extraction. Une sous-estimation des densités apparentes des sols prélevés aux cylindres peut être envisagée, leur enfoncement au marteau entraînant des chocs moins réguliers et une destructuration des premiers centimètres du sol à l'intérieur des cylindres.

Dans leur étude sur les méthodes de mesures de densités apparentes, Yoro & Godo (1990) mettent en évidence que pour un sol donné, les méthodes de mesure de terrain (au cylindre, au sable, au densitomètre à membrane et par gammamétrie) donnent des résultats statistiquement différents. Les densités apparentes sont donc liées « non seulement au type de sol, mais aussi à la méthode de détermination ». Ils mettent donc l'accent sur la nécessité d'utiliser la même méthode au cours des différentes campagnes de mesures, et de préciser la méthode adoptée.

Ainsi, l'utilisation du carottier peut être effectuée en routine, sa rapidité et son efficacité pouvant satisfaire de nombreux travaux de recherches. Par ailleurs, les mesures de densités apparentes obtenues doivent être comparées à des données mesurées de la même manière, et, enfin, le recours à un carottier doit être mentionnée.

5.1.3 Les répétitions des acquisitions spectrales

L'observation des 30 signatures spectrales montre qu'il existe une très faible variabilité d'un spectre à l'autre. Les spectres susceptibles de modifier de manière conséquente leur moyenne sont les spectres aberrants, très rarement rencontrés au cours de cette étude (moins de 10 sur un total de 297 spectres). Ces outliers correspondent généralement aux premiers spectres acquis, ils sont donc très certainement dus à une erreur de manipulation (restes d'éthanol sur la lentille de l'ASD après l'acquisition du blanc, mauvaise application de la lentille au contact du sol, etc.). Les spectres moyennés par échantillon conservent une information importante, celle de l'influence de la profondeur. En effet, la Figure 23 présente les spectres ordonnés selon la profondeur ; c'est donc cette variable qui influence le profil des spectres moyennés par échantillon, au-delà de la variabilité spectrale intra-échantillon. Ces résultats permettent de diminuer le nombre d'acquisitions spectrales ; pour le protocole final, elles sont donc réalisées sur une ligne traversant longitudinalement la carotte, afin d'optimiser l'effet de la profondeur sur les signatures spectrales.

Ces trois résultats permettent de supprimer du protocole les trois tâches les plus fastidieuses, soit le prélèvement des cylindres (réalisation de la fosse et traitement au laboratoire de toute les répétitions d'échantillons), le tamisage conventionnel à 2 mm, les trente répétitions des acquisitions spectrales par échantillon. Le protocole est donc considérablement allégé, ce qui le rend facilement reproductible.

5.2 Résultats SPIR

5.2.1 La teneur en carbone

La prédiction des teneurs en carbone des sols donne les meilleurs résultats de l'étude, avec des R^2 de 0,88 aussi bien pour les échantillons séchés et tamisés, que pour le sol frais et en place. Cette valeur est relativement bonne, puisque très proche de 0,9 (Genot *et al.*, 2014).

De nombreux auteurs ont obtenu de meilleurs résultats (Figure 39). He *et al.*, en 2005, obtiennent un R^2 de 0,93 à partir de sols limoneux de Hangzhou en Chine. Pour Ludwig *et al.* (2002) leur R^2 de 0,97 concerne des sols sous forêt, plus ou moins perturbés par des feux, à Victoria en Australie.

Les 99 échantillons traités dans cette étude correspondent à la population totale (aucun outlier n'a été supprimé), tous types de sol confondus. Les sols de la Réunion présentent des caractéristiques très différentes, dues en particulier à la proportion en substances amorphes dans leur composition. Pourtant, les résultats de Brunet *et al.* (2007) montrent qu'il est préférable de traiter des populations d'échantillons homogènes.

Référence	Méthode d'analyse ⁽¹⁾	Set d'étalonnage	Set de validation	Gamme (%)	Modèle ⁽²⁾	r ²	SEC(V) ou SEP (%) ⁽³⁾
Dalal et al., 1986	WB	72	/ ⁽⁴⁾	0,3-2,5	MLR	0,93	0,22
Morra et al., 1991	CS	68	16	0,1-9,0	MLR	0,93	0,59
Ben-Dor et al., 1995	Perte feu	35	56	0,1-13,2	MLR	0,55	0,13
Chang et al., 2001	CS	743	/	0,1-28,6	PCR	0,87	0,79
Hummel et al., 2001	CS	? ⁽⁵⁾	?	0,3-9,2	MLR	0,79	0,78
Chang et al., 2002	CS	76	32	1,5-14,5	?	0,96	0,65
Fystro, 2002	CS	75	48	0,6-7,9	PLSR	0,95	0,67
Ludwig et al., 2002	CS	40	80	1,5-2,1	?	0,97	1,45
Mc Carty et al., 2002	CS	177	60	0,1-10,4	PLSR	0,86	0,54
Malley et al., 2002	WB	?	?	0,169,3	?	0,97	2,14
Reeves et al., 2002	CS	64	/	0,5-2,8	PLSR	0,93	0,12
Shepherd et al., 2002	SK	1011	/	0,2-5,6	MARS	0,91	0,22
Islam et al., 2003	WB	121	40	0,1-4,9	PCA + MLR	0,61	0,44
Udelhoven et al., 2003	?	114	/		?	0,60	0,14
van Groenigen et al., 2003	?	100	/	0,9-1,6	?	0,01	0,16
He et al., 2005	?	95	30	1,0 -1,7	PLSR	0,96	0,07
Brown et al., 2006	CS	4184	/	0 – 53,7	BRT	0,87	0,79
Mc Carty et al., 2006	?	181	363	0,4-2,9	?	0,90	0,16
Nanni et al., 2006	?	184	/	?	MLR	0,28	1,05
Viscarra Rossel et al., 2006	SK	118	/	0,0 – 2,0	PLSR	0,60	0,18
Brunet et al., 2007	CS	87	186	0,2-4,2	PLSR	0,87	3,69
Terhoeven-Urselmans et al., 2008	CS	113	/	0,8-3,8	PLSR	0,94	0,15

⁽¹⁾ Méthodes d'analyse — *analysis methods* : WB = Walkley-Black, CS = Combustion sèche – Perte au feu — *Dry combustion – Ignition loss* ; SK = Springler-Klee ; ⁽²⁾ Modèles — *models* : BRT = arbres de régression stimulés — *boosted regression trees*, MARS = régression multivariée par fonction spline adaptative — *multivariate adaptive regression splines*, MLR = régression linéaire multiple — *multiple linear regression*, PCA = analyse par composantes principales — *principal components analysis*, PCR = régression par composantes principales — *principal components regression*, PLSR = régression selon les moindres carrés partiels — *partial least square regression* ; ⁽³⁾ SEC = erreur standard d'étalonnage — *standard error of calibration* ; SECV = erreur standard de la validation croisée — *standard error of cross validation* ; SEP = erreur standard de prédiction — *standard error of prediction* ; ⁽⁴⁾ les auteurs n'ont pas utilisé de set de validation — *authors did not use a validation set* ; ⁽⁵⁾ pas d'information disponible — *no available information*.

Figure 39 : Principaux résultats observés dans la littérature pour la prédiction du taux de carbone organique par SPIR. Source : Genot et al., 2014.

Brunet *et al.* (2007) observent également que la préparation de l'échantillon (tamisé à 2 mm ou broyé à 2 μ m) influence la prédiction de la teneur en carbone. Fontan *et al.* (2010) ont également étudié l'impact de la taille des particules d'un échantillon dans la prédiction du carbone organique et total pour des vertisols méditerranéens, en comparant des calibrations faites avec des sols séchés et tamisés à 2mm, et des sols émiettés (agrégats de diamètres moyens = 24.5mm). Les résultats démontrent que l'absence de tamisage limite drastiquement la précision de la calibration. Des résultats similaires ont été observés dans d'autres études sur différents types de sols (Madari *et al.*, 2006), et une étude de Barthès *et al.* (2008) a mis en évidence l'augmentation de la précision d'une calibration pour un même paramètre lorsque la taille des particules est réduite. Ce phénomène serait dû à la répartition inégale de certains composés au sein des agrégats du sol (Barthès *et al.*, 2006 ; Barthès *et al.*, 2008).

De plus, des études ont été réalisées concernant l'influence du séchage des échantillons sur la précision de la prédiction ; il en résulte que la prédiction est significativement plus précise lorsque les échantillons sont séchés à l'étuve ou à l'air libre, plutôt que scannés en frais (Gras *et al.*, 2014 ; Malley *et al.*, 2002 ; Mouazen *et al.*, 2006).

Le fait d'avoir quasiment les mêmes résultats pour les deux états montre que la préparation de l'échantillon n'apporte, dans le cas présent, aucune amélioration dans la prédiction des teneurs en carbone. Ainsi, la détermination des teneurs en carbone *in situ* est concevable, épargnant ainsi toutes les contraintes temporelles, matérielles et de main d'œuvre liées au traitement des échantillons (prélèvement, transfert au laboratoire, stockage, tamisage, séchage, etc.).

5.2.2 La densité apparente

Dans leur publication de 2016, Cambou *et al.*, ont testé la prédiction de la densité apparente des sols par SPIR ; le R^2 obtenu varie entre 0,54 et 0,64, pour un RPD de 1,5 à 1,7 selon le type de prétraitement effectué. Ces résultats traduisent une impossibilité de détermination de la densité apparente par SPIR, du moins dans cette étude.

Par ailleurs, les résultats de la prédiction par SPIR de la densité apparente obtenus ici sont tout à fait étonnants, et ce sur tous les plans : une relativement bonne prédiction pour les densités inférieures à 1,1 ; un palier net à 1,1, au-delà duquel les densités ne sont absolument plus prédites ; une quasi-égalité des résultats entre mesures réalisées sur des sols frais et celles réalisées sur des sols séchés et tamisés à 2 mm, avec même des résultats légèrement supérieurs pour les échantillons séchés.

La spectroscopie est une technique de détermination des composants chimiques des corps, à travers les vibrations des liaisons des molécules qui les constituent. Or, la densité apparente est une propriété physique des sols et non chimique, puisqu'elle est caractérisée par la porosité, soit les vides occupés par l'eau ou par l'air. Le fait que la densité apparente

soit bien prédite par SPIR, jusqu'à la densité de 1,1, laisse imaginer qu'il existe un élément bien détecté par la SPIR et étroitement corrélé à la densité apparente (pour les DA < 1,1).

Cette théorie semble accréditée au regard de la dernière observation faite sur ces données de densité apparente prédites par SPIR : la quasi-égalité des résultats de prédiction des densités apparentes entre les sols frais en place et les sols séchés et tamisés à 2 millimètres. En effet, si la structure du sol est conservée pour un sol frais et en place (maintien de l'organisation des particules, humidité, porosité, *i.e.* la densité apparente), elle n'est plus détectable après séchage et tamisage à 2 millimètres. Pourtant, elle est aussi bien prédite à partir d'un sol frais que d'un sol séché et tamisé, jusqu'à une densité de 1,1. L'élément, détectable par SPIR qui reflète la densité apparente des sols (DA < 1,1) n'est pas non plus l'humidité, puisque la perte en eau d'un échantillon, entre son état « frais et en place » et son état « séché et tamisé » n'est absolument pas observée.

Cette limite de 1,1 montre que cet élément n'apparaît plus dans les sols à densité apparente supérieure à 1,1. En se penchant sur les caractéristiques des sols de la Réunion, un critère évident se dégage ; les propriétés particulières des andosols leur confèrent des densités faibles, parce qu'ils contiennent des substances amorphes. Les andosols ont généralement une densité apparente inférieure à 0,85 (Quantin, 1982), mais ces substances amorphes comme les allophanes sont présentes, bien qu'en moindre mesure, dans les sols dérivés d'andosols initiaux. Ainsi, les sols bruns andiques, de densité supérieure aux andosols et présentant des allophanes dans leur composition mais en bien moins grande proportion, pourraient expliquer le fait que la prédiction soit efficace pour les densités 0,85 et 1,1 (selon l'hypothèse proposée précédemment). Cette possibilité est représentée par la figure ci-dessous (Figure 40).

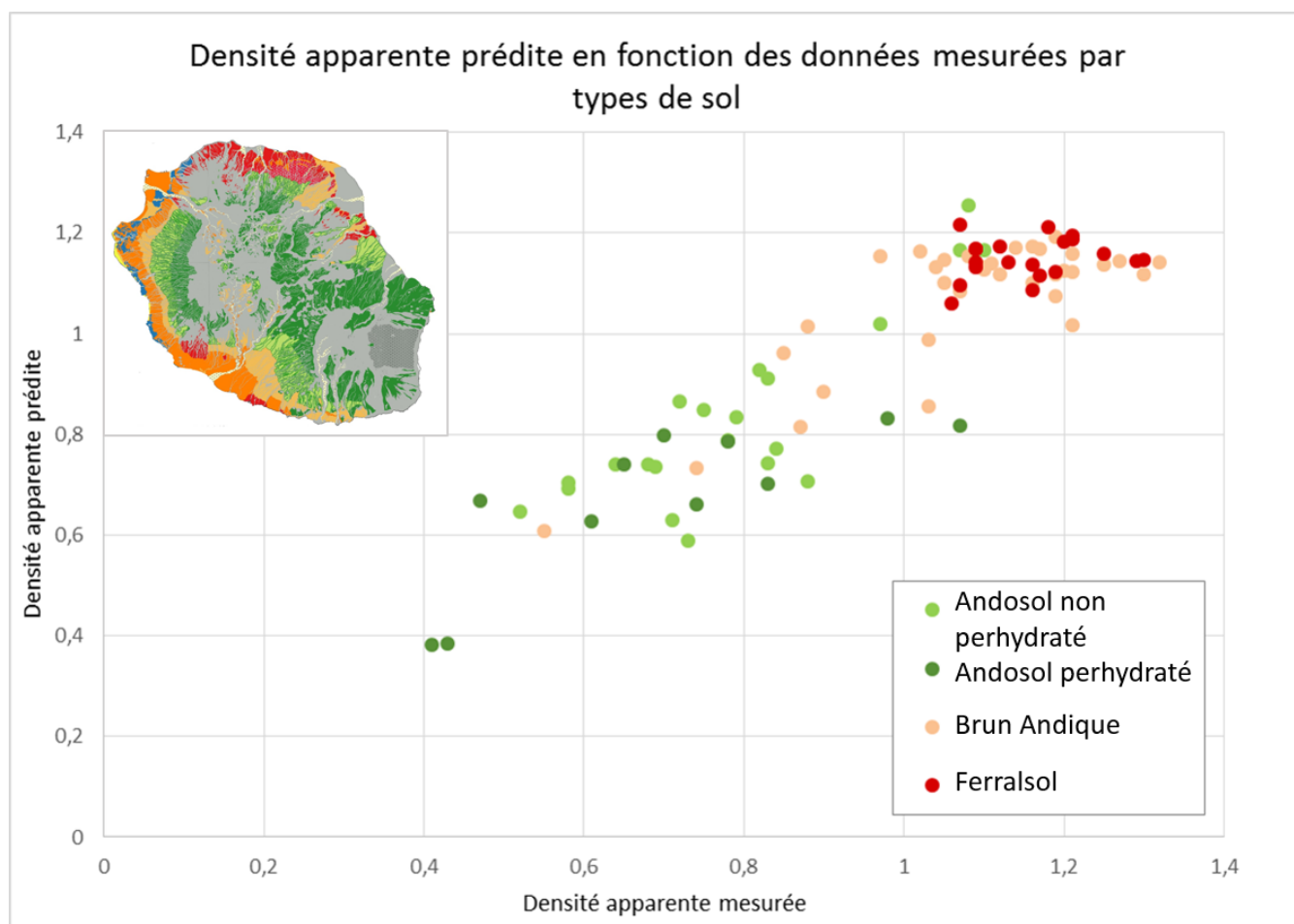


Figure 40 : Densité apparente des échantillons de sol frais en place prédite en fonction des données mesurées, classées par types de sol (modèle T0).

Les densités apparentes des andosols, riches en allophanes et de faible densité, sont bien prédits par SPIR, puisque leurs nuages de points suivent bien la régression du modèle. Il en est de même pour les sols bruns andiques, jusqu'à ce qu'ils atteignent une densité de 1,1. En revanche, les ferralsols, aux densités les plus élevées et composés d'halloysite et non d'allophanes, ne sont absolument pas prédits par SPIR. Cet aspect donne une crédibilité supplémentaire à l'hypothèse de détermination de la densité apparente des sols par SPIR à travers la détection des allophanes.

Enfin, les tests NaF réalisés pendant cette étude montrent qu'un prélèvement de sol brun andique (sur les quatre réalisés) est particulièrement riche en allophanes (Tableau 3 : Les caractéristiques des sites de prélèvement. Tableau 3). Or, la prédiction par SPIR de ses densités apparentes semble plus précise que pour les trois autres sols bruns andiques, puisque une grosse proportion des densités apparentes des sols bruns (à DA < 1,1) bien prédits provient de ce prélèvement (Figure 41).

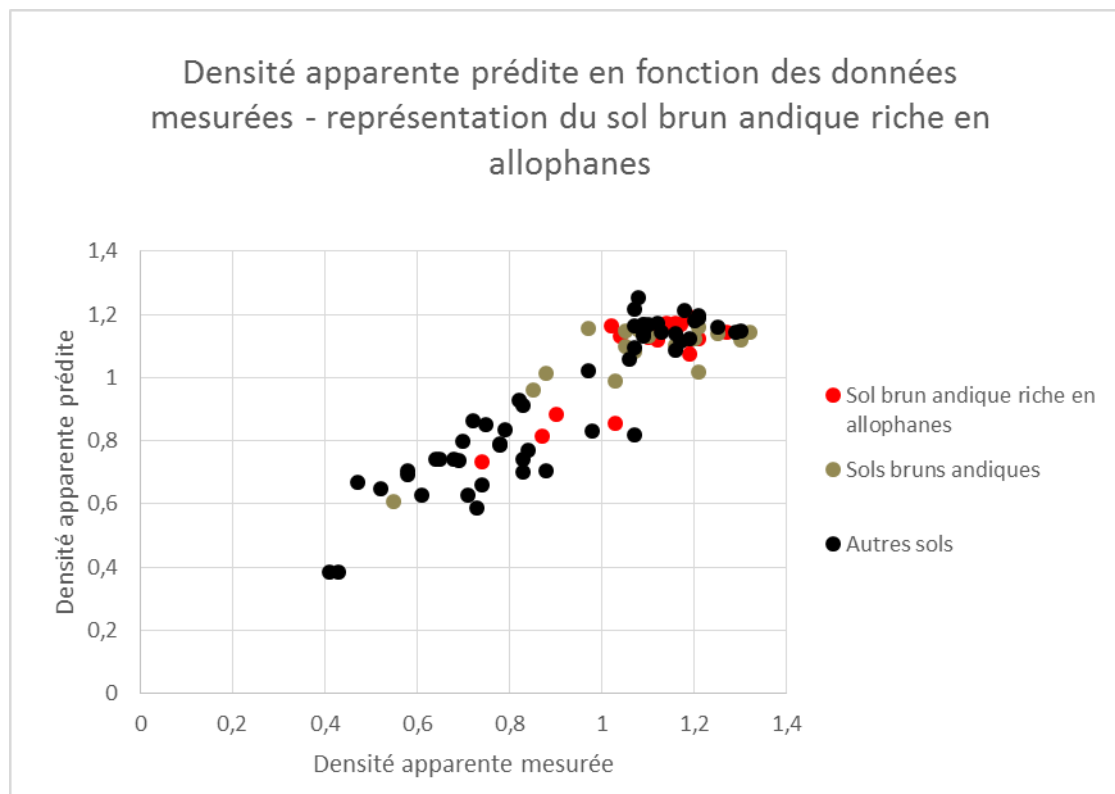


Figure 41 : Mise en exergue du prélèvement de sol brun andique riche en allophane, dans les résultats de densité apparente des échantillons de sol frais en place prédite en fonction des données mesurées.

Afin de valider ou de rejeter cette hypothèse, il serait intéressant de confronter ces résultats à des mesures quantitatives d'allophanes (réalisées selon une méthode de référence), afin de voir si leur proportion dans la composition des sols a un impact sur la précision de la prédiction par SPIR de la densité apparente.

5.2.3 Les stocks de carbone

Les stocks de carbone des sols étant déterminés par le produit de leur densité (propriété physique) et de leur teneur en carbone (propriété chimique), leur prédiction par SPIR pourrait être faussée par une propagation des erreurs. Or, les résultats obtenus sont relativement satisfaisants (R^2 de 0,84 pour les sols séchés et tamisés, R^2 de 0,80 pour les sols frais en place, avec le modèle T1).

En comparaison, Cambou *et al.*, publient en 2016 une étude sur la prédiction par Visible- et SPIR du stock de carbone organique des sols, et obtiennent un R^2 de 0,70. Une des conclusions de leur étude est le fait que les stocks de carbone sont principalement déterminés par la teneur en carbone des sols, leur densité intervenant de manière beaucoup plus discrète dans le calcul des stocks.

Il est vrai que les teneurs en carbone varient beaucoup (de moins de 4 g*kg⁻¹ à plus de 130 g*kg⁻¹ dans cette étude) contrairement aux densités apparentes (de 0,33 à 1,4 dans cette étude). Par ailleurs, les nuages de points représentant les stocks prédits (modèle T0, avant suppression d'outliers, figure Figure 32 et Figure 35) semblent suivre sensiblement la même trajectoire que les points représentant la densité apparente prédite. En effet, il semblerait qu'un même pallier soit atteint à partir des stocks de 60 mg*kg⁻¹*cm⁻³, aussi bien pour les sols frais en place que pour les sols séchés et tamisés. Cette corrélation semble mettre en lumière le poids non négligeable de la densité apparente dans le calcul des stocks de carbone.

Ainsi, il semblerait que les stocks de carbone soient moins bien prédits par SPIR dans la littérature (Cambou *et al.*, 2016), puisque la densité apparente est généralement très mal prédite. Or, les densités apparentes sont particulièrement bien prédites dans cette étude, et ces résultats semblent être corrélés à la présence d'allophanes. Les recherches réalisées par Cambou *et al.* (2016) n'ont pas été effectuées sur des sols volcaniques à allophanes, ce qui peut expliquer l'écart des résultats entre leur étude et celle présentée ici. Cette comparaison joue une nouvelle fois en faveur de la détection des allophanes par SPIR comme déterminant des densités apparentes.

Il semblerait donc que les caractéristiques des sols de la Réunion, donc la présence ou l'absence d'allophanes, impactent la précision de la prédiction des stocks de carbone.

6 Conclusion

A partir de nombreuses comparaisons méthodologiques de détermination des stocks de carbone des sols, un protocole simple, rapide et apte à une application routinière est mis en place. La détermination des densités apparentes de sols prélevés par carottier est possible, mais comme pour toute mesure de densité apparente, il est recommandé de préciser la nature du matériel utilisé (Yoro & Godo, 1990). L'efficacité de ce protocole permet de poursuivre la campagne de terrain du projet CARUN, dans le but de réaliser une cartographie des stocks de carbone de la Réunion. Cette modélisation permettra de mieux comprendre l'influence des types de sols, du climat et des différentes cultures sur la séquestration du carbone dans les sols. Les techniques agricoles les plus efficaces pourront alors être valorisées. Cette perspective s'intègre dans le programme de recherche international « 4 pour 1000 », plaçant à l'ordre du jour l'étude des sols en tant que réservoir de carbone atmosphérique. Le réchauffement climatique étant planétaire, la communauté scientifique multiplie les projets de recherches sur le sujet. Dans ce contexte, le protocole élaboré par cette étude mériterait d'être valorisé au-delà des frontières de la Réunion.

De plus, l'ensemble des résultats des prédictions SPIR encouragent fortement la poursuite de la campagne de terrain organisée dans le cadre du projet CARUN. En effet, les teneurs en carbone organiques sont aussi bien prédites à partir de sols frais en place (R^2 de 0,875), de sols frais remaniés (émiettés) que de sols séchés et tamisés (R^2 de 0,880). Ces valeurs montrent qu'il n'est plus indispensable de traiter les échantillons selon leurs trois états, en ce qui concerne les prédictions de teneurs en matière organique. Les prédictions de densité apparente donnent des résultats très curieux, avec une bonne corrélation entre les valeurs prédites et les valeurs mesurées jusqu'aux densités de 1,1, valeurs au-delà desquelles la prédiction n'est absolument plus réalisable. Il semblerait que cette distinction résulte de la présence ou non d'allophanes dans les sols, puisque d'une part les prédictions à partir de sols frais en place et de sols séchés et tamisés sont quasiment équivalentes (respectivement R^2 de 0,82 et 0,83), et d'autre part, un gradient positif semble exister entre la quantité d'allophanes des sols et la précision de la prédiction SPIR de leur densité apparente (les densités des andosols, riches en allophanes, sont bien prédites ; elles sont moins bien prédites pour les sols bruns andiques relativement riches en allophanes ; mal prédites pour les sols bruns pauvres en allophanes ; pas prédites pour les ferralsols, riches en halloysite et très pauvres en allophanes). Par ailleurs, les échantillons traités sont trop peu nombreux (86 pour les prédictions des densités apparentes, 56 pour les densités apparentes inférieures à 1,1) pour valider cette théorie. Ainsi, le fait d'avoir développé un protocole facilement reproductible présente le double avantage de favoriser les mesures de stocks de carbone dans les sols, mais aussi d'échantillonner un grand nombre de sols de types différents, qui viendront étoffer ces modèles.

Ces résultats suggèrent donc la possibilité de prédire des densités apparentes des sols à partir de la détection des allophanes par SPIR, puisque densité apparente et teneur en allophanes

sont étroitement liées. L'extrapolation de cette interprétation sur les prédictions des stocks de carbone intégrerait donc la teneur en allophanes comme élément de précision, expliquant ainsi la qualité de ces résultats comparé à la littérature (Cambou et al., 2016).

Si tel est le cas, les stocks de carbone des sols pourraient, dans le meilleur des scénarios, être déterminés totalement in situ, sur des sols riches en allophanes.

7 Bibliographie

AOMINE S. & MIYAUCHI N., 1963. Age of the youngest hydrated halloysite in Kvushu. *Nature* **199** : 1311 - 1312.

AUBERT P-M., RUAT R., RNKOVIC A., TREYER S., 2016. Cadre de redevabilité et potentiel transformationnel d'une initiative multi-acteurs : le cas du 4 %. Institut du développement durable et des relations internationales. *Policy Brief*, **1** : 4p.

AUDRY P., COMBEAU A., HUMBEL F.X., ROOSE E., VIZIER J.F., 1973. Essai sur les études de dynamique actuelle des sols. Bulletin de Groupe de Travail. ORSTOM. Bondy. 254 p.

BAH B., 2002. Caractérisation pédogénétique et évaluation des sols en vue d'une gestion environnementale et d'un aménagement durable du terroir de Ticuantepe (Nicaragua). Mémoire d'Ingénieur agronome. Faculté universitaire des sciences agronomiques de Gembloux, Belgique. 79 p.

BAIZE D., 2000. Guide des analyses en pédologie, 2^{ème} édition revue et argumentée. Institut National de la Recherche Agronomique. 262 p.

BARCHEWITZ P., 1955. L'Infrarouge. Rendiconti del Convegno InternaZionale di Studisull'Infrarosso. Sezione Prima: Prolusione. Faculté des Sciences de l'Université – Rennes. Pp 523-530.

BARTHÈS B.G., BRUNET D., FERRER H., CHOTTE J., FELLER C., 2006. Determination of total carbon and nitrogen content in a range of tropical soils using near infrared spectroscopy: influence of replication and sample grinding and drying. *Journal of Near Infrared Spectroscopy*, **14 (5)** : 341p.

BARTHÈS B. G., BRUNET D., HIEN E., ENJALRIC F., CONCHE S., FRESCHET G.T., D'ANNUNZIO R., TOUCET-LOURI J., 2008. Determining the distributions of soil carbon and nitrogen in particle size fractions using near-infrared reflectance spectrum of bulk soil samples. *Soil Biology and Biochemistry*, **40(6)** : 1533 - 1537.

BARTHES B. & BRUNET D., date inconnue. Intérêt de la spectrométrie infrarouge quantitative pour l'étude de la biologie du sol Bernard. IRD, UMR Eco&Sols, Montpellier 1. 20 p. Consulté [En ligne] le 01/04/2016. URL : <http://slideplayer.fr/slide/2387067/#>.

BATJES, N. H., 1996. Total carbon and nitrogen in the soils of the world. *Eur. J. Soil Sci.*, **47** : 151–163.

BEN-DOR E. & BANIN A., 1990. Near-Infrared Reflectance Analysis of Carbonate Concentration in Soils. *Applied Spectroscopy*, **44** : 1064-1069.

BRUNET D., BARTHÈS B.G., CHOTTE J-L. & FELLER C., 2007. Determination of carbon and nitrogen contents in Alfisols, Oxisols and Ultisols from Africa and Brazil using NIRS analysis: effects of sample grinding and set heterogeneity. *Geoderma*, **139** : 106-117.

BURNS D. A. & CIURCZAK E. W., 2001. Handbook of Near Infrared Analysis, Third Edition. *Practical Spectroscopy*, **35** : 795 p.

CAMBOU A., CARDINAEL R., KOUAKOUA E., VILLENEUVE M., DURAND C., BARTHES B.G., 2016. Prediction of soil organic carbon stock using visible and near infrared reflectance spectroscopy (VNIRS) in the field. *Geoderma*, **161** : 151 – 159.

CIRAD, date inconnue. Les sols de La Réunion : caractéristiques, analyse de sol. Pp 29 - 41.

CNRS, 2016. Le cycle du carbone, échanges entre les réservoirs de carbone. Page internet consultée [En ligne] le 15/03/2016. URL : http://www.cnrs.fr/cnrs-images/sciencesdelaterreaulycee/contenu/dyn_ext2-1.htm

DAVRIEUX F., BASTIANELLI D., THURIES L., date inconnue. La spectrométrie dans le proche infrarouge - Présentation générale - Théorie, principes et applications. CIRAD. 26 p. Consulté [En ligne] le 01/04/2016. URL : http://uved-matorg.cirad.fr/html/cours5/cours5-2/cours5-2-1/docs/5.2.1-support-cours_LT.pdf

DIRECTION DE L'ALIMENTATION, DE L'AGRICULTURE ET DE LA FORET, 2014. La production fruitière à La Réunion. *Agreste* **92** : 12p.

DIRECTION DE L'ALIMENTATION, DE L'AGRICULTURE ET DE LA FORET, 2013. La production maraîchère à La Réunion. *Agreste* **81** : 8p.

DIRECTION DE L'ALIMENTATION, DE L'AGRICULTURE ET DE LA FORET, 2016. La canne à sucre. Page internet consultée [En ligne] le 06/06/2016. URL : <http://daaf.reunion.agriculture.gouv.fr/Canne-a-sucre>.

DEFOS DU RAU J., 1960. L'île de la Réunion, étude de géographie humaine. Thèse de doctorat. Institut de Géographie, Faculté des Lettres, Bordeaux. 716 p.

DOSSIER DEPARTEMENTAL DES RISQUES MAJEURS, 2016-a. Le contexte Réunionnais – Géologie, relief, climat. Préfecture de La Réunion. Page internet consultée [En ligne] le 06/06/2016. URL : <http://80.69.213.183/ddrm/2011/contexte.html>.

DOSSIER DEPARTEMENTAL DES RISQUES MAJEURS, 2016-b. Le contexte Réunionnais – Des enjeux humains et environnementaux forts. Page internet consultée le 07/06/2016. URL : <http://80.69.213.183/ddrm/2011/presentation.html>

EL HAJI A. & ZAYDOUN S., date inconnue. Chapitre III - La Spectroscopie Infrarouge. Université Mohammed V de Rabat, 27p. Consulté [En ligne] le 23/04/2016. URL : <http://www.fsr.ac.ma/cours/chimie/GUEDIRA/Master%20de%20Sciences%20Analytiques-M9%20Spectr.%20UV-visible/Word/Master%20Sc%20Anal%20Cours%20IR.pdf>.

FONTAN J. M., CALVACHE S., LOPEZ-BELLIDO R. J., LOPEZ-BELLIDO L., 2010. Soil carbon measurement in clods and sieved samples in a Mediterranean Vertisol by Visible and Near-Infrared Reflectance Spectroscopy. *Geoderma*, **156 (3-4)** : 93 - 98.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS, 2015. World reference base for soil resources. International soil classification system for naming soils and creating legends for soil maps. 203 p.

GRAS J.-P., BARTHES B.G., MAHAUT B., TRUPIN S., 2014. Best practices for obtaining and processing field visible and near infrared (VNIR) spectra of topsoils. *Geoderma*, **214 - 215** : 126-134.

GENOT V., BOCK L., DARDENNE P., COLINET G., 2014; L'intérêt de la spectroscopie proche infrarouge en analyse de terre (synthèse bibliographique). *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*, **18 (2)** : 247-261

HE Y., HAI-YAN S., GARCIA PEREIRA A. & HERNANDEZ GOMEZ A., 2005. Measurement and analysis of soil nitrogen and organic matter content using near-infrared spectroscopy techniques. *Journal of Zhejiang University*, **6 (11)** : 1081 - 1086.

JACKSON M. L., 1958. Soil Chemical Analysis. Prentice Hall Inc. Osmania University. 521 p.

JACQUES G. & SAUGIER B., 2008. Les puits de carbone. Lavoisier. 170 p.

KERN, J. S. & JOHNSON M. G., 1993. Conservation Tillage Impacts on National Soil and Atmospheric Carbon Levels. *Soil Science Society of America Journal*, **57** : 200 - 210.

LAL, R. 2001. Soil degradation by erosion. *Land Degradation & Development*, **12**: 519–539.

LUDWIG B., KHANNA P.K., BAUHUS J., HOPMANS P., 2002. Near infrared spectroscopy of forest soils to determine chemical and biological properties related to soil sustainability. *Forest Ecology and Management*, **171** : 121-132.

MADARI B. E., REEVES J. B., MACHADO P. L. O. A., GUIMARÃES C. M., TORRES E., MCCARTY G. W., 2006. Mid- and near-infrared spectroscopic assessment of soil compositional parameters and structural indices in two Ferralsols. *Geoderma*, **136 (1 – 2)** : 245 - 259.

MALLEY D. F., YESMIN L., EILERS R. G., 2002. Rapid Analysis of Hog Manure and Manure-amended Soils Using Near-infrared Spectroscopy. *Soil Science Society of America Journal*, **66 (5)** : 1677p.

MC DOWELL M. L., BRULAND G. L., DEENIK J., GRUNWALD S., KNOX N. M., 2012. Soil total carbon analysis in Hawaiian soils with visible, near-infrared and mid-infrared diffuse reflectance spectroscopy. *Geoderma* **189 - 190** : 312 - 320.

MONTAGGIONI L. & NATIVEL P., 1988. La Réunion – Ile Maurice, Géologie et aperçus biologiques. Guides géologiques régionaux. Masson. 191 p.

- MOUAZEN A. M., KAROUI R., DE BAERDEMAEKER J., RAMON H., 2006. Characterization of Soil Water Content Using Measured Visible and Near Infrared Spectra. *Soil Science Society of America Journal*, **70 (4)** : 1295p.
- NELSON D.W. & SOMMERS L. E., 1996. Total carbon, organic carbon and organic matter. Methods of soil analysis. Part 3 - Chemical methods. Pp 961 - 1010.
- PRATHER M. J., HOLMES C. D., HSU J., 2012. Reactive greenhouse gas scenarios: Systematic exploration of uncertainties and the role of atmospheric chemistry. *Geophysical Research Letter*, **39** : 1 - 5.
- PRENTICE I. C., et al., 2001: The carbon cycle and atmospheric carbon dioxide. Climate Change 2001: The Scientific Basis. Contribution of Working Group I to the Third Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change. Cambridge University Press, Cambridge, United Kingdom and New York, NY, USA. Pp. 183 - 237.
- PROUTEAU M., HOUGHTON J. T., DING Y., GRIGGS D. J., NOQUER M., VAN DER LINDEN P. J., DAI X., MASKELL K., JOHNSON C. A., 2008. Mise en place d'une méthode d'identification des matières premières par spectrophotométrie dans le proche infrarouge. Thèse de Doctorat. Faculté de Pharmacie de Limoges. Université de Limoges. 106 p.
- QUANTIN P., 1972. Les Andosols, Revue bibliographique des connaissances actuelles. *Cahier ORSTOM, série Pédologique*, **10 (3)** : 273 – 301.
- QUANTIN P., 1972. Les Andosols, DEA de pédologie. Département enseignement de l'ORSTOM, Paris. 30p.
- RAUNET M., 1991. Le milieu physique et les sols de l'île de La Réunion. Conséquences pour la mise en valeur agricole. 515 p.
- RIVALS P., 1951. Histoire Géologique de la Réunion. Inédit. 140 p.
- SCHLESINGER W. H., 1984. Chapter 4: Soil Organic Matter: a Source of Atmospheric CO₂. Terrestrial Vegetation in the Global Carbon Cycle: Measurement by Remote Sensing. Edité par G. M. Woodwell. SCOPE. Publié par John Wiley & Sons Ltd.
- SCHUMACHER B. A., 2002. Methods for the determination of Total Organic Carbon (TOC) in soils and sediments. Ecological Risk Assessment Support Center. Office of Research and Development US. Environmental Protection Agency. 23 p.
- SIESLER W., OZAKI Y., KAWATA S., HEISE H. M., 2008. Near-Infrared Spectroscopy: Principles, Instruments, Applications. 361 p.
- SPARKS D. L., 2003. Environmental Soil Chemistry. Academic Press, Second Edition, New-York. 352 p.
- STENBERG B., VISCARRA ROSSEL R.A., MOUAZEN A.M., WETTERLIND J., 2010. Chapter Five - Visible and Near Infrared Spectroscopy in Soil Science, in: Donald L. Sparks (Ed.), Advances in Agronomy. Academic Press, pp. 163–215.

STEVENS A., VAN WESEMAEL B., BARTHOLOMEUS H., ROSILLON D., TYCHON B., BEN-DOR E., 2008. Laboratory, field and airborne spectroscopy for monitoring organic carbon content in agricultural soils. *Geoderma*, **144** : 395 - 404.

THENG B. K. G., RUSSEL M., CHURCHMANN G. J., PARFITT R. L., 1982. Surface properties of allophane, halloysite, and imogolite. *Clays and Clay Minerals*, **30(2)** : 143 - 149.

VISCARRA ROSSEL R.A., CATTLE S.R., ORTEGA A., FOUAD Y., 2009. In situ measurements of soil colour, mineral composition and clay content by Vis-NIR spectroscopy. *Geoderma* **150** : 253–266.

WALKLEY A. & BLACK, I.A. 1934. An examination of Degtjareff method for determining soil organic matter, and proposed modification of the chromic acid titration method. *Soil Science* **37** : 29 - 38.

YORO G. & GODO G., 1990. Les méthodes de mesure de la densité apparente, analyse de la dispersion des résultats dans un horizon donné. *Cahier ORSTOM, série Pédologique*, **15 (4)** : 423 - 429.

8 Annexes

8.1 Annexe 1 : Fiches de calculs

Données initiales (mesures, pesées)

Echantillon total

Poids frais échantillon total P_{f_ech}

Poids sec terre fine (après tamisage 2 mm et mise à l'étuve à 105°C) P_{s_tf}

Poids éléments grossiers P_{eg}

Aliquote

Poids frais aliquote P_{fal}

Poids sec aliquote P_{sal}

Matériel

Gouge d'1 m (CAROTTE DENSITE)

Diamètre $D_d = 8.4$ cm

Hauteur échantillon $H_{ed} = 10$ cm

Volume échantillon $V_{ed} = \pi * (D_d/2)^2 * H_{ed}$

Gouge de 40 cm (CAROTTE SPECTRO)

Diamètre $D_s = 8.8$ cm

Hauteur échantillon $H_{es} = 10$ cm

CYLINDRES

Diamètre $D_c = 10.8$ cm

Hauteur $H_c = 10$ cm

Volume cylindre $V_c = \pi * (D_c/2)^2 * H_c$

Calculs

N.B : L'aliquote est prélevée après la pesée de l'échantillon frais total (P_{f_ech}), donc le poids de la terre fine sèche de l'échantillon total (P_{s_tf}) se calcule en ajoutant le poids sec de l'aliquote (P_{sal}) au poids sec de la terre fine de l'échantillon total obtenu par pesée après tamisage à 2 mm et mise à l'étuve à 105°C ($P_{s_tf_pesé}$) : $P_{s_tf} = P_{s_tf_pesé} + P_{sal}$

Echantillon total

Poids de l'eau dans l'échantillon $P_{eau_ech} = P_{ft} - P_{st} - P_{eg}$

Taux d'humidité de l'échantillon $T_{h_ech} = P_{eau_ech} / (P_{ft} - P_{eg})$

Densité apparente de l'échantillon total : $DA_{ech} = (P_{s_tf} + P_{eg}) / V_{ed}$

Aliquote

Poids de l'eau dans l'aliquote $P_{eau_al} = P_{fal} - P_{sal}$

Taux d'humidité de l'aliquote $T_{h_al} = P_{eau_al} / P_{fal}$

Calcul du taux d'humidité et de la densité apparente de l'échantillon grâce aux données de l'aliquote

On estime le taux d'humidité de l'aliquote est égal au taux d'humidité de l'échantillon total :

$$T_{h_al} = T_{h_ech}$$

$$T_{h_al} = P_{eau_ech} / (P_{ft} - P_{eg})$$

$$\text{Donc } P_{eau_ech} = T_{h_al} * (P_{ft} - P_{eg})$$

On peut alors calculer $P_{s_tf} = P_{f_ech} - P_{eg} - P_{eau_ech}$

$$\text{D'où } DA_{ech} = (P_{s_tf} + P_{eg}) / V_{ed}$$

N.B : Les calculs de taux d'humidité et de densité apparente des échantillons prélevés aux cylindres sont les mêmes, en utilisant les données du cylindre : remplacer D_d par D_c , H_{ed} par H_c et V_{ed} par V_c .

Calculs réalisés à partir du protocole final : toutes mesures effectuées sur la CAROTTE SPECTRO (avec fenêtre ouverte)

Calcul du volume de l'échantillon, deux cas possibles :

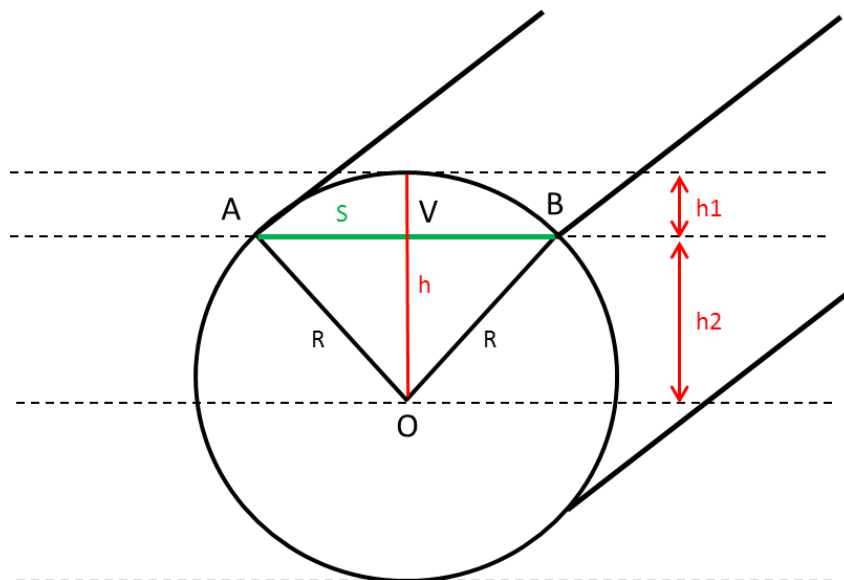
Echantillon complet et non arasé, diamètre total de la gouge

$$\text{Volume échantillon } V_{es} = \pi * (D_s/2)^2 * H_{es} = \pi * (8.8/2)^2 * 10 = 608.2 \text{ cm}^3$$

Echantillon arasé au niveau de la fenêtre ouverte de la gouge (figure ci-dessous), avec une largeur de fenêtre (S) de 7 cm.



La carotte de sol présente un profil en coupe schématisé par la figure ci-dessous :



L'objectif est de calculer le volume de la portion de cylindre auquel a été retranchée la partie supérieure, au-dessus de la ligne de coupe S (en vert).

Le triangle AOB est un triangle isocèle en O avec $OA = OB = R = (D_s)/2 = 4.4$ cm et $AB = S = 7$ cm.

OV est un triangle rectangle en V donc d'après le théorème de Pythagore, $BO^2 = VB^2 + VO^2$,

soit $R^2 = (S/2)^2 + h^2$

$h^2 = R^2 - (S/2)^2 = 4.4^2 - (7/2)^2 = 7.11$

$h = \sqrt{7.11} = 2.67$ cm

$h = h_1 + h_2$ donc comme $h = R$, **$h_1 = 4.4 - 2.67 = 1.73$ cm**

L'aire du triangle AOB : $A_{AOB} = \frac{1}{2} * S * \sqrt{R^2 - (S^2/4)}$

$A_{AOB} = \frac{1}{2} * 7 * \sqrt{4.4^2 - (7^2/4)} = 9.33$ cm²

Dans le triangle VOB rectangle en V, $\sin(\angle VOB) = VB/BO = 3.5/4.4 = 0.8$

L'angle $\angle VOB$ a donc un angle $\sin^{-1}(0.8) = 53.13^\circ$

L'angle AOB = $2 * \angle VOB = 106.3^\circ$

L'aire du secteur de cercle AOB : $A_G = (\pi * \text{angle AOB} * R^2)/360 = 17.96$ cm²

L'aire du secteur de cercle AOB = L'aire du triangle AOB + L'aire du segment de cercle AB




Donc l'aire du segment de cercle AB = $17.96 - 9.33 = 8.63$ cm²

L'aire totale du cercle de centre O = $\pi * R^2 = 60.8$ cm²

L'aire du cercle tronquée = $60.8 - 8.63 = 52.17$ cm²

Donc le **volume d'un échantillon** de la gouge, arasé au niveau de la fenêtre, est de $52.17 * 10$ soit **521 cm³**.

8.2 Annexe 2 : Protocole initial

TERRAIN		Jour 1		Laboratoire		J+1		J+2		J+3		J+4									
						Laboratoire		Laboratoire				Laboratoire									
	Prélever la Carotte SPECTRO 1S	1S01		Faire les acquisitions spectrales FRAIS 1SF01 1SF02 1SF03 1SF04		Faire les acquisitions spectrales SEC-TAMISE 1ST01 1ST02 1ST03 1ST04		Envoyer un pot au laboratoire (mesures de carbone conventionnelles)													
		1S02		Extraire et émietter les échantillons																	
		1S03		Faire les acquisitions spectrales REMANIE 1SR01 1SR02 1SR03 1SR04																	
		1S04		Faire le test NAF sur une motte d'un échantillon																	
	Prélever la Carotte DENSITE 1D	1D01	Prendre 6 mesures à l'humidimètre	Émietter les échantillons		Tamiser		Mettre en pot (x2) Conserver un pot dans la pédodolque													
		1D02																			
		1D03	Extraire et émietter les échantillons																		
		1D04	Peser en FRAIS																		
	Prélever les CYLINDRES 1C	1C01a	Prendre 6 mesures à l'humidimètre	Émietter les échantillons		Tamiser Peser les éléments grossiers		Séchage à 105°C													
		1C02a																			
		1C03a	Extraire et émietter les échantillons																		
		1C01b	Rincer à l'eau dans un tamis à 2 mm																		
		1C02b																			
		1C03b	Peser en FRAIS																		
		1C01c	Séchage à 105°C																		
		1C02c																			
		1C03c	Peser les éléments grossiers																		

8.3 Annexe 3 : Résultats des prédictions

Variable prédite	Etat	Modèle	n	Nombre d'outliers supprimés	SD	Données de calibration				Données de validation			
			Nombre d'échantillons		Ecart-type de la population d'étalonnage	RMSE Erreur quadratique moyenne (Root Mean Squared Error)	R ² Coefficient de détermination de la validation croisée	RPD Ratio de SD sur RMSE	Pente	RMSE Erreur quadratique moyenne (Root Mean Squared Error)	R ² Coefficient de détermination de la validation croisée	RPD Ratio de SD sur RMSE	Pente
Teneur en carbone	Tamisé	T0	99	0	29,73	7,6036	0,9339	3,90999	0,9339	10,2931	0,8809	2,88834268	0,9161
Teneur en carbone	Frais	T0	99	0	29,73	9,1456	0,9044	3,25074353	0,9044	10,5574	0,8756	2,81603425	0,8857
Stock de carbone	Tamisé	T1	82	4	17,55	5,5887	0,8973	3,14026518	0,8973	7,08	0,8437	2,47881356	0,8693
Densité apparente (< 1,1)	Tamisé	T0	86	0	0,23	0,085	0,8643	2,70588235	0,8643	0,096	0,832	2,39583333	0,844
Densité apparente	Frais	T0	86	0	0,23	0,0867	0,8589	2,65282584	0,8589	0,0981	0,8221	2,34454638	0,8365
Stock de carbone	Frais	T1	82	4	19,25	6,4561	0,8704	2,98167624	0,8704	8,0893	0,8002	2,37968675	0,8168
Humidité pondérale terre fine	Frais	T0	88	0	0,26	0,1088	0,8278	2,38970588	0,8278	0,1213	0,7917	2,143446	0,797
Densité apparente (< 1,1)	Frais	T0	56	0	0,2	0,0725	0,8686	2,75862069	0,8686	0,0958	0,7801	2,08768267	0,8203
Densité apparente	Tamisé	T0	56	0	0,2	0,0805	0,8384	2,48447205	0,8384	0,0961	0,7658	2,08116545	0,7896
Stock de carbone	Frais	T1	86	0	19,45	8,2152	0,8194	2,36756257	0,8194	9,856	0,7506	1,97341721	0,7766
Stock de carbone	Frais	T0	86	0	19,45	8,4466	0,8091	2,30270168	0,8091	10,3912	0,7195	1,87177612	0,7749
Stock de carbone	Tamisé	T1	86	0	19,45	9,2917	0,769	2,09326603	0,769	11,4498	0,6702	1,69871963	0,7309
Stock de carbone	Tamisé	T0	86	0	19,45	8,9065	0,7878	2,18379835	0,7878	11,9669	0,6192	1,6253165	0,7335